

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 1 0 月 2 4 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 3 0 9 7 9 7
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 2 - 3 0 9 7 9 7]

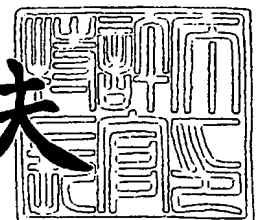
出 願 人 富 士 写 真 フ ィ ル ム 株 式 会 社
Applicant(s):

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 3 年 9 月 4 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 31-2657

【提出日】 平成14年10月24日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G02F 1/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 深川 伸隆

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 村山 雅彦

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 網中 英一郎

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 川本 博之

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 坂牧 聡

【特許出願人】

【識別番号】 000005201

【氏名又は名称】 富士写真フイルム株式会社

【代理人】

【識別番号】 100105647

【弁理士】

【氏名又は名称】 小栗 昌平

【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

【識別番号】 100105474

【弁理士】

【氏名又は名称】 本多 弘徳

【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

【識別番号】 100108589

【弁理士】

【氏名又は名称】 市川 利光

【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

【識別番号】 100115107

【弁理士】

【氏名又は名称】 高松 猛

【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

【識別番号】 100090343

【弁理士】

【氏名又は名称】 栗宇 百合子

【電話番号】 03-5561-3990

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 092740

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0003489

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 セルロースエステルフィルムの製造方法及び光学補償シート

【特許請求の範囲】

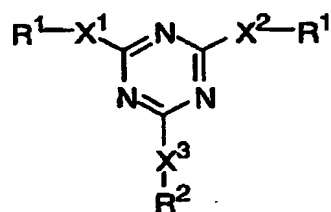
【請求項1】 セルロースエステル100質量部に対して、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を0.01乃至20質量部含有するセルロースエステル溶液を流延し、かつ剥ぎ取り前乾燥の前半において実効風速10m/min以上で乾燥することを特徴とするセルロースエステルフィルムの製造方法。

【請求項2】 セルロースエステルの酢化度が、59.0乃至61.5%の範囲にあることを特徴とする請求項1のセルロースエステルフィルムの製造方法。

【請求項3】 芳香族化合物が下記一般式(I)～(IV)で表される化合物であることを特徴とする請求項1または2に記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

一般式(I)

【化1】



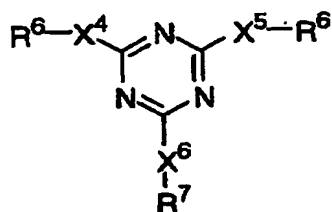
一般式(I)中:

R¹はオルト位および／またはメタ位に置換基を有する芳香族環または複素環を表し、R²は置換基を有する芳香族環または複素環を表す。但し、R¹及びR²が芳香族環を表すとき、双方が同一となることはない。

X¹は単結合または－NR³－を表し、X²は単結合または－NR⁴－を表し、X³は単結合または－NR⁵－を表す。R³、R⁴およびR⁵は各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

一般式(II)

【化2】



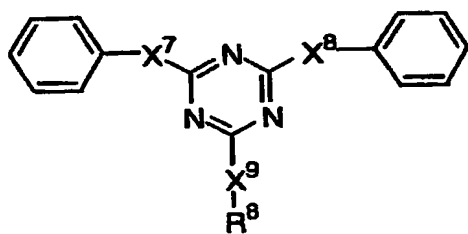
一般式 (II) 中:

R⁶は、パラ位に置換基を有する芳香族環または複素環を表し、R⁷は置換基を有する芳香族環または複素環を表す。但し、R⁶及びR⁷が芳香族環を表すとき、双方が同一となることはない。

X⁴は単結合または-NR¹³-を表し、X⁵は単結合または-NR¹⁴-を表し、X⁶は単結合または-NR¹⁵-を表す。R¹³、R¹⁴およびR¹⁵は、各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

一般式 (III)

【化3】



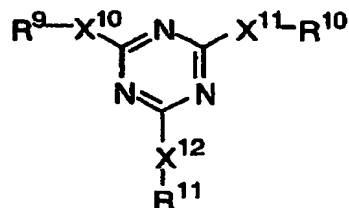
一般式 (III) 中:

R⁸はオルト位および／またはメタ位に置換基を有する芳香族環または複素環を表す。

X⁷は単結合または-NR²³-を表し、X⁸は単結合または-NR²⁴-を表し、X⁹は単結合または-NR²⁵-を表す。R²³、R²⁴およびR²⁵は、各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

一般式 (IV)

【化 4】



一般式 (IV) 中：

R^9 、 R^{10} および R^{11} は、それぞれ異なる芳香族環または複素環を表す。

X^{10} は単結合または $-NR^{33}-$ を表し、 X^{11} は単結合または $-NR^{34}-$ を表し、 X^{12} は単結合または $-NR^{35}-$ を表す。 R^{33} 、 R^{34} および R^{35} は、各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

【請求項 4】 下記式で算出されるセルロースエステルフィルムの Re レターデーション値が、20～100 nm の範囲にあることを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

$$Re \text{ レターデーション値} = (n_x - n_y) \times d$$

(ここで、 n_x はフィルム面内の遅相軸方向 (屈折率が最大となる方向) の屈折率、 n_y はフィルム面内の進相軸方向 (屈折率が最小となる方向) の屈折率、 d はフィルムの厚さ (nm) を表す。)

【請求項 5】 請求項 1～4 のいずれかに記載の方法により製造されたセルロースエステルフィルム。

【請求項 6】 請求項 5 に記載のセルロースエステルフィルムの上に液晶性分子から形成された光学異方性層が設けられていることを特徴とする光学補償シート。

【請求項 7】 透明保護膜、偏光膜、透明支持体及び液晶性分子から形成された光学的異方性層がこの順に積層されている偏光板であって、透明支持体が請求項 5 に記載のセルロースエステルフィルムであることを特徴とする偏光板。

【請求項 8】 液晶セルおよびその両側に配置された二枚の偏光板からなり、少なくとも 1 枚の偏光板が請求項 7 の偏光板である液晶表示装置。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、セルロースエステルフィルムの製造方法及び該セルロースエステルフィルムを用いた光学補償シート、偏光板、および液晶表示装置に関する。

【0002】**【従来の技術】**

液晶表示装置において、視野角の拡大、画像着色の改良、及びコントラストの向上のため光学補償シートを使用することは広く知られた技術である。なかでも、セルロースエステル中に平面性の高い低分子化合物を添加したフィルムは広い範囲でのレターデーション調節が可能で特に有用であり、例えば、特許文献1、特許文献2に具体例が開示されている。しかし、これらのフィルムはフィルム面内のムラが著しいため、液晶表示装置の表示ムラを引き起こすという問題を有していた。

【0003】**【特許文献1】**

特開2000-111914号公報

【特許文献2】

特開2000-166144号公報

【0004】**【発明が解決しようとする課題】**

本発明の目的は、レターデーション値が高くかつフィルム面内での光学的な均一性に優れたセルロースエステルフィルムの製造方法を提供することにある。

本発明の他の目的は、上記優れた特性を有するセルロースエステルフィルムを用いた光学補償シート、偏光板、および液晶表示装置を提供することにある。

【0005】**【課題を解決するための手段】**

本発明者らは 鋭意検討の結果、前記目的はフィルムの乾燥を急速に行い、レターデーション上昇剤のセルロースエステル内での固定を速やかに行なうことに

より解決できることを見出した。

すなわち、本発明は下記構成のセルロースエステルフィルム、光学補償シート、偏光板、および液晶表示装置である。

1. セルロースエステル 100 質量部に対して、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を 0.01 乃至 20 質量部含有するセルロースエステル溶液を流延し、かつ剥ぎ取り前乾燥の前半において実効風速 10 m/min 以上で乾燥することを特徴とするセルロースエステルフィルムの製造方法。

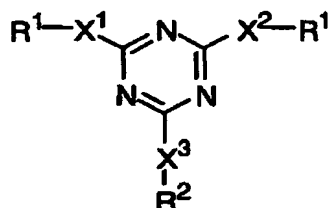
2. セルロースエステルの酢化度が、59.0 乃至 61.5 % の範囲にあることを特徴とする上記 1 のセルロースエステルフィルムの製造方法。

3. 芳香族化合物が下記一般式 (I) ~ (IV) で表される化合物であることを特徴とする上記 1 または 2 に記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

一般式 (I)

【0006】

【化 5】



【0007】

一般式 (I) 中：

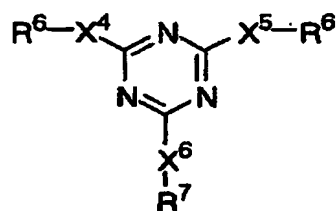
R¹はオルト位および／またはメタ位に置換基を有する芳香族環または複素環を表し、R²は置換基を有する芳香族環または複素環を表す。但し、R¹及びR²が芳香族環を表すとき、双方が同一となることはない。

X¹は単結合または-NR³-を表し、X²は単結合または-NR⁴-を表し、X³は単結合または-NR⁵-を表す。R³、R⁴およびR⁵は各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

一般式 (II)

【0008】

【化6】



【0009】

一般式 (II) 中:

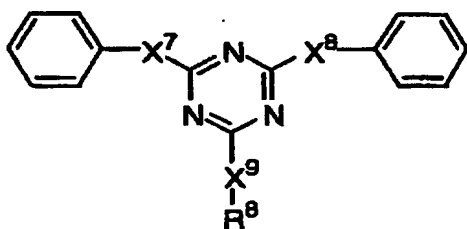
R⁶は、パラ位に置換基を有する芳香族環または複素環を表し、R⁷は置換基を有する芳香族環または複素環を表す。但し、R⁶及びR⁷が芳香族環を表すとき、双方が同一となることはない。

X⁴は単結合または-NR¹³-を表し、X⁵は単結合または-NR¹⁴-を表し、X⁶は単結合または-NR¹⁵-を表す。R¹³、R¹⁴およびR¹⁵は、各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

一般式 (III)

【0010】

【化7】



【0011】

一般式 (III) 中:

R⁸はオルト位および／またはメタ位に置換基を有する芳香族環または複素環を表す。

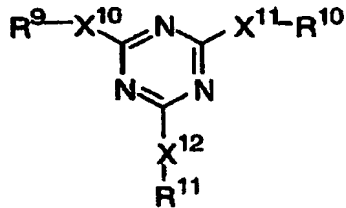
X⁷は単結合または-NR²³-を表し、X⁸は単結合または-NR²⁴-を表し、X⁹は単結合または-NR²⁵-を表す。R²³、R²⁴およびR²⁵は、各々独立して

、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

一般式 (IV)

【0012】

【化8】



【0013】

一般式 (IV) 中：

R⁹、R¹⁰およびR¹¹は、それぞれ異なる芳香族環または複素環を表す。

X¹⁰は単結合または—NR³³—を表し、X¹¹は単結合または—NR³⁴—を表し、X¹²は単結合または—NR³⁵—を表す。R³³、R³⁴およびR³⁵は、各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

4. 下記式で算出されるセルロースエステルフィルムのReレターデーション値が、20～100nmの範囲にあることを特徴とする上記1乃至3のいずれかに記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

$$\text{Reレターデーション値} = (n_x - n_y) \times d$$

(ここで、n_xはフィルム面内の遅相軸方向(屈折率が最大となる方向)の屈折率、n_yはフィルム面内の進相軸方向(屈折率が最小となる方向)の屈折率、dはフィルムの厚さ(nm)を表す。)

5. 上記1～4のいずれかに記載の方法により製造されたセルロースエステルフィルム。

6. 上記5に記載のセルロースエステルフィルムの上に液晶性分子から形成された光学異方性層が設けられていることを特徴とする光学補償シート。

7. 透明保護膜、偏光膜、透明支持体及び液晶性分子から形成された光学的異方性層がこの順に積層されている偏光板であって、透明支持体が上記5に記載の

セルロースエステルフィルムであることを特徴とする偏光板。

8. 液晶セルおよびその両側に配置された二枚の偏光板からなり、少なくとも1枚の偏光板が上記7の偏光板である液晶表示装置。

9. 液晶セルがTNモードの液晶セルである上記8に記載の液晶表示装置。

10. 液晶セルがベンド配向モードの液晶セルである上記8に記載の液晶表示装置。

11. 液晶セルが垂直配向モードの液晶セルである上記8に記載の液晶表示装置。

【0014】

【発明の実施の形態】

[レターデーション上昇剤]

支持体フィルム用セルロースアセテートには、フィルムのレターデーションを調整するため、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物をレターデーション上昇剤として使用する。

上記芳香族化合物は、セルロースアセテート100質量部に対して、0.01乃至20質量部の範囲で使用し、好ましくは0.05乃至15質量部の範囲で使用し、さらに好ましくは0.1乃至10質量部の範囲で使用する。二種類以上の芳香族化合物を併用してもよい。

芳香族化合物の芳香族環には、芳香族炭化水素環に加えて、芳香族性ヘテロ環を含む。

本発明の芳香族化合物の具体例としては特開2001-166144号公報に記載の化合物が好ましい。

【0015】

このうち、下記一般式(I)～(IV)で表される1,3,5-トリアジン環を有する芳香族化合物は、レターデーション上昇効果に優れ、比較的少量の使用量でもセルロースエステルフィルムのレターデーションを上昇させることができ、且つ面内のレターデーションの均一性の高いフィルムが得られ、特に好ましい化合物である。

以下、一般式(I)～(IV)で表されるそれぞれの化合物について詳細に説明

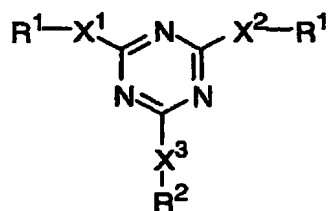
する。

【0016】

一般式 (I)

【0017】

【化9】



【0018】

R¹はオルト位および／またはメタ位に置換基を有する芳香族環または複素環を表し、R²は置換基を有する芳香族環または複素環を表す。但し、R¹及びR²が芳香族環を表すとき、双方が同一となることはない。

X¹は単結合または-NR³-を表し、X²は単結合または-NR⁴-を表し、X³は単結合または-NR⁵-を表す。R³、R⁴およびR⁵は、各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

【0019】

更に詳しく説明すると、R¹はオルト位および／またはメタ位に置換基を有する芳香族環または複素環を表し、R²は置換基を有する芳香族環または複素環を表す。R¹およびR²がそれぞれ表す芳香族環は、フェニルまたはナフチルであることが好ましく、フェニルであることが特に好ましい。R¹が表す芳香族環はオルト位および／またはメタ位に置換基を少なくとも有し、他の位置にも置換基を有していてもよい。R²が表す芳香族環はいずれかの置換位置に少なくとも一つの置換基を有する。この置換基の例には、ハロゲン原子、ヒドロキシル、シアノ、ニトロ、カルボキシル、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アルコキシ基、アルケニルオキシ基、アリールオキシ基、アシルオキシ基、アルコキシカルボニル基、アルケニルオキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、スルファモイル基、アルキル置換スルファモイル基、アルケニル置換スルファモイル

基、アリール置換スルファモイル基、スルオンアミド基、カルバモイル、アルキル置換カルバモイル基、アルケニル置換カルバモイル基、アリール置換カルバモイル基、アミド基、アルキルチオ基、アルケニルチオ基、アリールチオ基およびアシル基が含まれる。

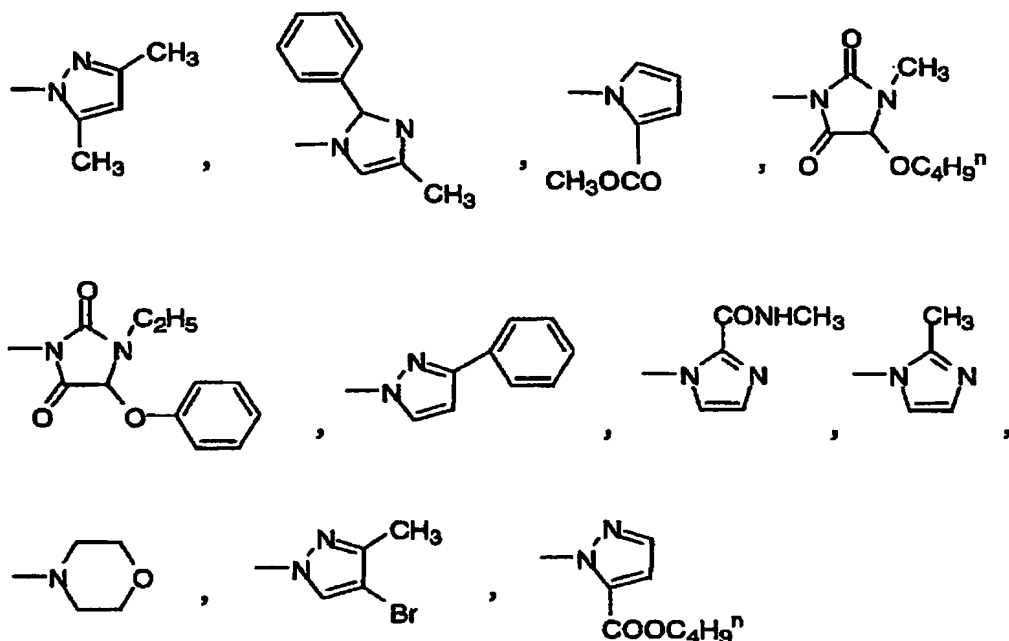
なお、 R^1 がオルト位および／またはメタ位に置換基を有する芳香族環を表し、 R^2 が置換基を有する芳香族環を表すとき、双方が同一となることはない。「同一でない」とは、置換基を含めて同一でないことを意味し、例えば、同一の芳香族環であっても置換基が異なる場合、さらに置換基が同一であっても置換位置が異なる場合は、「同一でない」場合に含まれる。

【0020】

R^1 および R^2 がそれぞれ表す複素環基は、芳香族性を有することが好ましい。芳香族性を有する複素環は、一般に不飽和複素環であり、好ましくは最多の二重結合を有する複素環である。複素環は5員環、6員環または7員環であることが好ましく、5員環または6員環であることがさらに好ましく、6員環であることが最も好ましい。複素環のヘテロ原子は、窒素原子、硫黄原子または酸素原子であることが好ましく、窒素原子であることが特に好ましい。芳香族性を有する複素環としては、ピリジン環（複素環基としては、2-ピリジルまたは4-ピリジル）が特に好ましい。複素環基は、置換基を有していてもよい。複素環基の置換基の例は、上記アリール部分の置換基の例と同様である。 X^1 、 X^2 および X^3 がそれぞれ単結合である場合の複素環基は、窒素原子に遊離原子価をもつ複素環基であることが好ましい。窒素原子に遊離原子価をもつ複素環基は、5員環、6員環または7員環であることが好ましく、5員環または6員環であることがさらに好ましく、5員環であることが最も好ましい。複素環基は、複数の窒素原子を有していてもよい。また、複素環基は、窒素原子以外のヘテロ原子（例、O、S）を有していてもよい。以下に、窒素原子に遊離原子価をもつ複素環基の例を示す。

【0021】

【化10】



【0022】

一般式 (I) 中、 X^1 は単結合または $-NR^3-$ を表し、 X^2 は単結合または $-NR^4-$ を表し、 X^3 は単結合または $-NR^5-$ を表す。 R^3 、 R^4 および R^5 は、各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

R^3 、 R^4 および R^5 がそれぞれ表すアルキル基は、環状アルキル基であっても鎖状アルキル基であってもよいが、鎖状アルキル基を表すのが好ましく、分岐を有する鎖状アルキル基よりも、直鎖状アルキル基を表すのがより好ましい。アルキル基の炭素原子数は、1～30であることが好ましく、1～20であることがより好ましく、1～10であることがさらに好ましく、1～8がさらに好ましく、1～6であることが最も好ましい。アルキル基は、置換基を有していてもよい。置換基の例には、ハロゲン原子、アルコキシ基（例えばメトキシ、エトキシ）およびアシルオキシ基（例、アクリロイルオキシ、メタクリロイルオキシ）が含まれる。

【0023】

R^3 、 R^4 および R^5 がそれぞれ表すアルケニル基は、環状アルケニル基であつ

でも鎖状アルケニル基であってもよいが、鎖状アルケニル基を表すのが好ましく、分岐を有する鎖状アルケニル基よりも、直鎖状アルケニル基を表すのがより好ましい。アルケニル基の炭素原子数は、2～30であることが好ましく、2～20であることがより好ましく、2～10であることがさらに好ましく、2～8であることがさらに好ましく、2～6であることが最も好ましい。アルケニル基は置換基を有していてもよい。置換基の例には、前述のアルキル基の置換基と同様である。

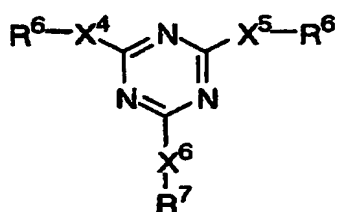
R³、R⁴およびR⁵がそれぞれ表す芳香族環基（アリール基）および複素環基は、R¹およびR²がそれぞれ表す芳香族環および複素環と同様であり、好ましい範囲も同様である。芳香族環基および複素環基はさらに置換基を有していてもよく、置換基の例にはR¹およびR²の芳香族環および複素環の置換基と同様である。

【0024】

一般式 (II)

【0025】

【化11】



【0026】

一般式 (II) 中、R⁶は、パラ位に置換基を有する芳香族環または複素環を表し、R⁷は置換基を有する芳香族環または複素環を表す。但し、R⁶及びR⁷が芳香族環を表すとき、双方が同一となることはない。

X⁴は単結合または-NR¹³-を表し、X⁵は単結合または-NR¹⁴-を表し、X⁶は単結合または-NR¹⁵-を表す。R¹³、R¹⁴およびR¹⁵は、各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

【0027】

R⁶およびR⁷がそれぞれ表す芳香族環および複素環については、前記一般式 (I) 中のR¹およびR²がそれぞれ表す芳香族環および複素環と同義であり、好ましい範囲も同様である。また、置換基についても、R¹およびR²がそれぞれ表す芳香族環および複素環有する置換基として例示したものと同様のものが挙げられる。R⁶が表す芳香族環はパラ位に置換基を少なくとも有し、他の位置にも置換基を有していてもよい。R⁷は任意の位置に置換基を少なくとも一つ有する。なお、R⁶がパラ位に置換基を有する芳香族環を表し、R⁷は置換基を有する芳香族環を表すとき、双方が同一となることはない。「同一でない」とは、置換基を含めて同一でないことを意味し、例えば、同一の芳香族環であっても置換基が異なる場合、さらに置換基が同一であっても置換位置が異なる場合は、「同一でない」場合に含まれる。

【0028】

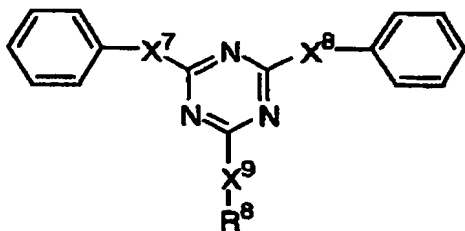
X⁴は、単結合または-NR¹³-を表し、X⁵は単結合または-NR¹⁴-を表し、X⁶は単結合または-NR¹⁵-を表す。R¹³、R¹⁴およびR¹⁵は、各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。R¹³、R¹⁴およびR¹⁵がそれぞれ表す置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基については、前記一般式 (I) 中のR³、R⁴およびR⁵がそれぞれ表す各基と同義であり、好ましい範囲も同様である。

【0029】

一般式 (III)

【0030】

【化12】



【0031】

一般式 (III) 式中、 R^8 はオルト位および／またはメタ位に置換基を有する芳香族環または複素環を表す。 X^7 は単結合または $-NR^{23}-$ を表し、 X^8 は単結合または $-NR^{24}-$ を表し、 X^9 は単結合または $-NR^{25}-$ を表す。 R^{23} 、 R^{24} および R^{25} は各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

【0032】

R^8 が表す芳香族環および複素環については、前記一般式 (I) 中の R^1 および R^2 がそれぞれ表す芳香族環および複素環と同義であり、好ましい範囲も同様である。また、置換基についても、 R^1 および R^2 がそれぞれ表す芳香族環および複素環有する置換基として例示したものと同様のものが挙げられる。 R^8 が表す芳香族環はオルト位および／またはメタ位に少なくとも置換基を有し、他の位置にも置換基を有していてもよい。

【0033】

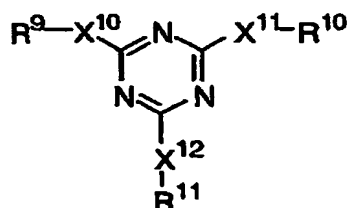
X^7 は、単結合または $-NR^{23}-$ を表し、 X^8 は単結合または $-NR^{24}-$ を表し、 X^9 は単結合または $-NR^{25}-$ を表す。 R^{23} 、 R^{24} および R^{25} は、各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。 R^{23} 、 R^{24} および R^{25} がそれぞれ表す置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基については、前記一般式 (I) 中の R^3 、 R^4 および R^5 がそれぞれ表す各基と同義であり、好ましい範囲も同様である。

【0034】

一般式 (IV)

【0035】

【化13】



【0036】

一般式 (IV) 中、 R^9 、 R^{10} および R^{11} は、それぞれ異なる芳香族環または複素環を表す。 X^{10} は単結合または $-NR^{33}-$ を表し、 X^{11} は単結合または $-NR^{34}-$ を表し、 X^{12} は単結合または $-NR^{35}-$ を表す。 R^{33} 、 R^{34} および R^{35} は各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。

【0037】

R^9 、 R^{10} および R^{11} がそれぞれ表す芳香族環または複素環については、前記一般式 (I) 中の R^1 および R^2 がそれぞれ表す芳香族環および複素環と同義であり、好ましい範囲も同様である。置換基についても、 R^1 および R^2 がそれぞれ表す芳香族環および複素環有する置換基として例示したものと同様のものが挙げられる。なお、「異なる芳香族環または複素環」とは、置換基を含めて芳香族環および複素環が同一でないことを意味し、例えば、同一の芳香族環または複素環であっても置換基が異なる場合、さらに置換基が同一であっても置換位置が異なる場合は、「異なる芳香族環または複素環」に含まれる。

【0038】

X^{10} は単結合または $-NR^{33}-$ を表し、 X^{11} は単結合または $-NR^{34}-$ を表し、 X^{12} は単結合または $-NR^{35}-$ を表す。 R^{33} 、 R^{34} および R^{35} は、各々独立して、水素原子、置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基を表す。 R^{33} 、 R^{34} および R^{35} がそれぞれ表す置換もしくは無置換の、アルキル基、アルケニル基、アリール基または複素環基については、前記一般式 (I) 中の R^3 、 R^4 および R^5 がそれぞれ表す各基と同義であり、好ましい範囲も同様である。

【0039】

本発明のレターデーション上昇剤としての芳香族化合物の分子量は、300～2,000であることが好ましい。本発明の芳香族化合物の沸点は、260℃以上であることが好ましい。沸点は、市販の測定装置（例えば、TG/DTA100、セイコー電子工業（株）製）を用いて測定できる。

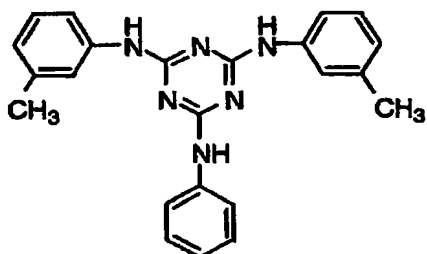
【0040】

以下に、レターデーション上昇剤としての1, 3, 5-トリアジン環を有する化合物の具体例を示す。

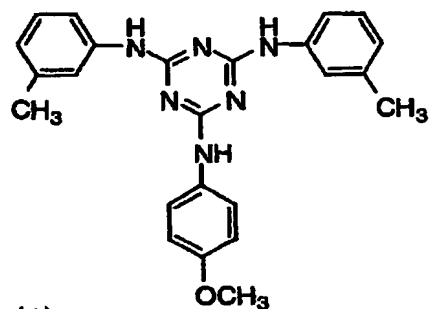
【0041】

【化14】

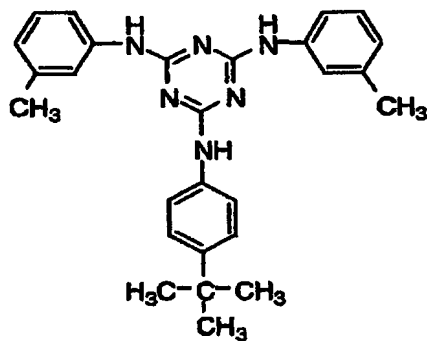
I-(1)



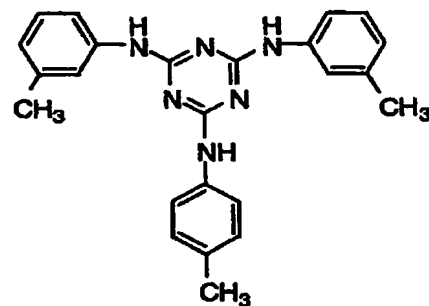
I-(2)



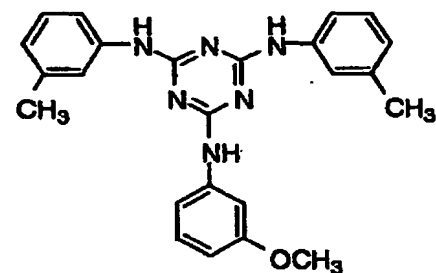
I-(3)



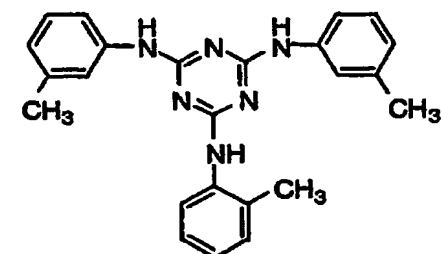
I-(4)



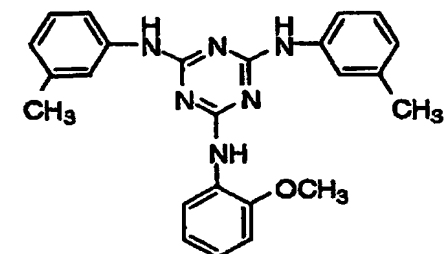
I-(5)



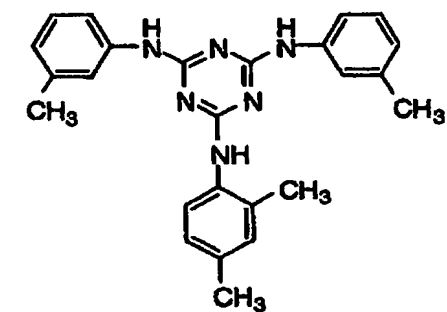
I-(6)



I-(7)



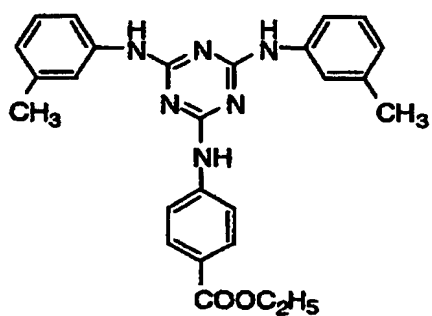
I-(8)



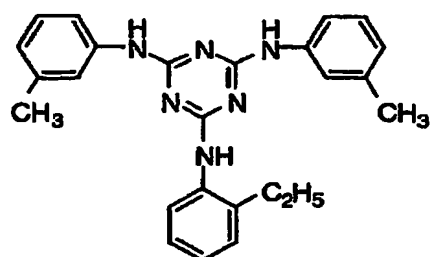
【0042】

【化15】

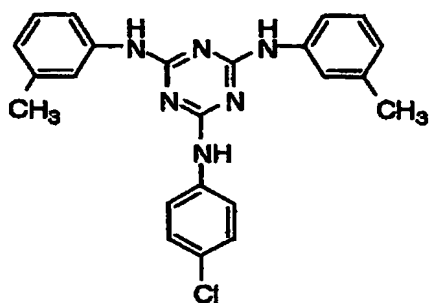
I-(9)



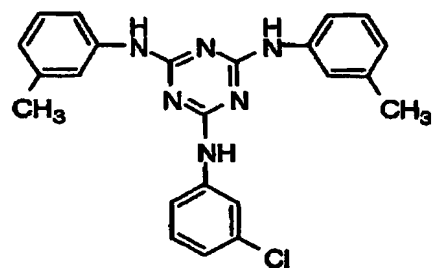
I-(10)



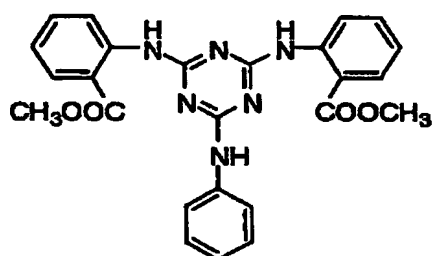
I-(11)



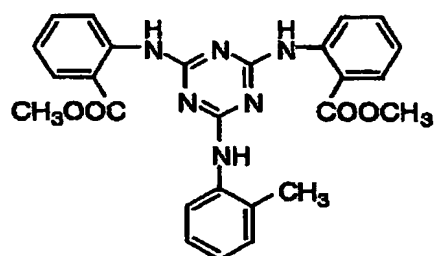
I-(12)



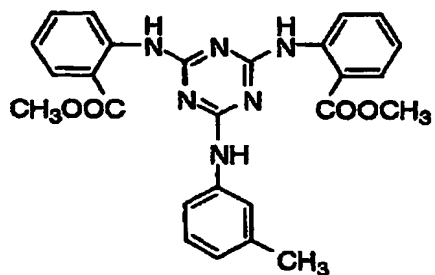
I-(13)



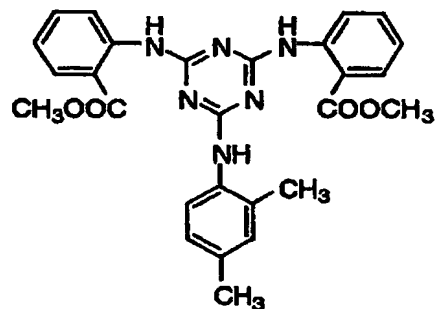
I-(14)



I-(15)



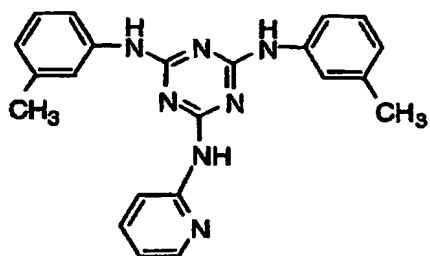
I-(16)



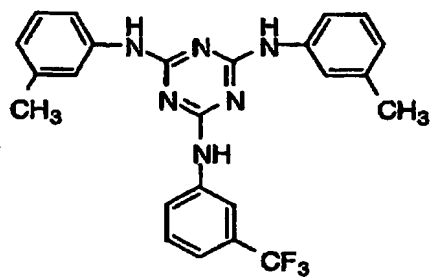
【0043】

【化16】

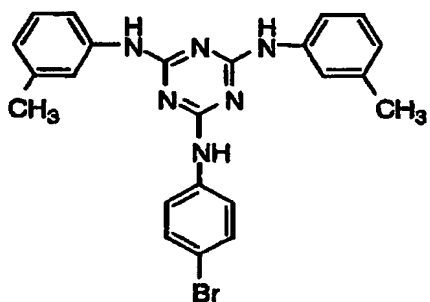
I-(17)



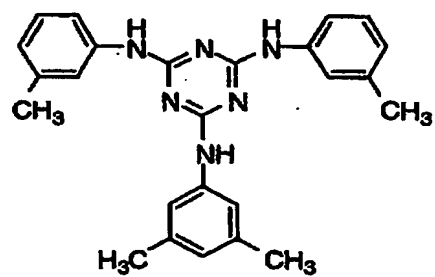
I-(18)



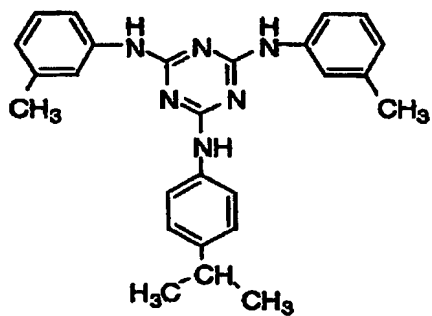
I-(19)



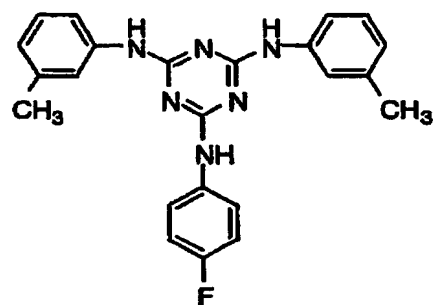
I-(20)



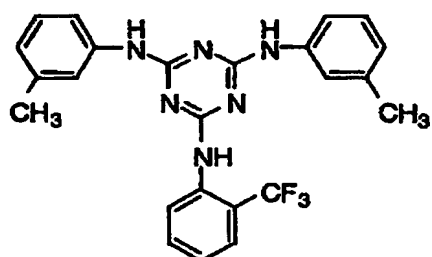
I-(21)



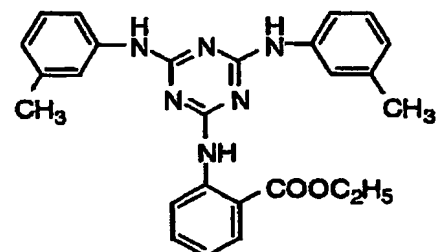
I-(22)



I-(23)



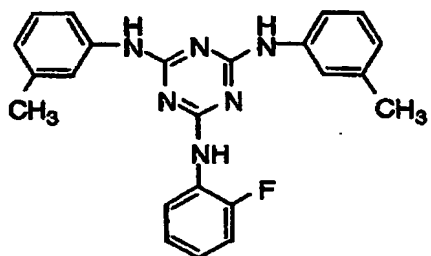
I-(24)



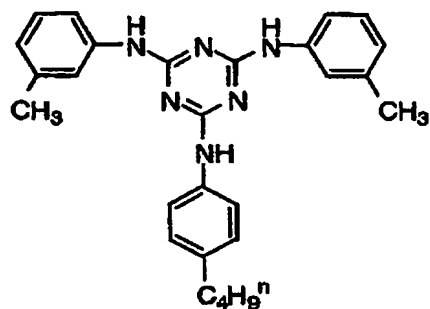
【0044】

【化17】

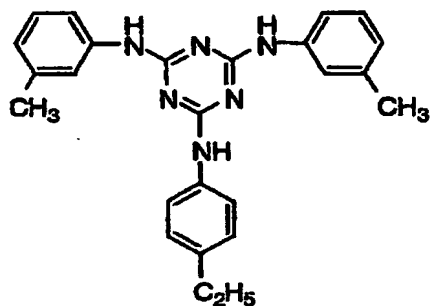
I-(25)



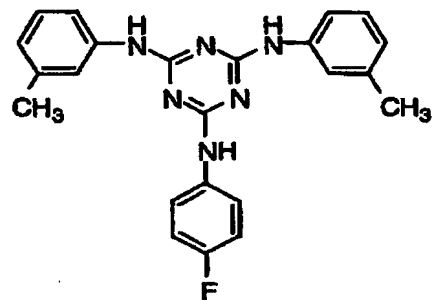
I-(26)



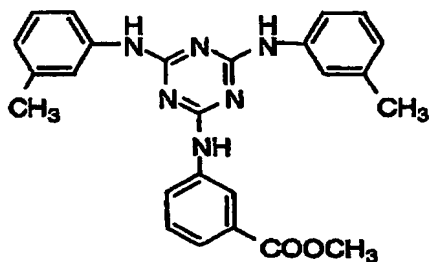
I-(27)



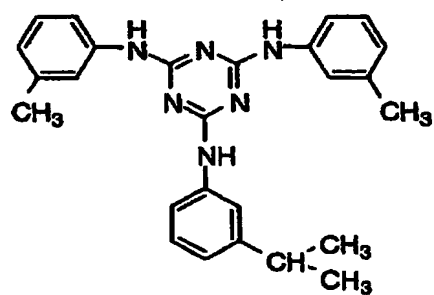
I-(28)



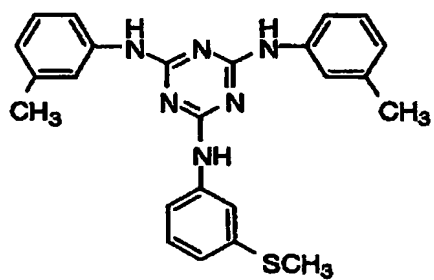
I-(29)



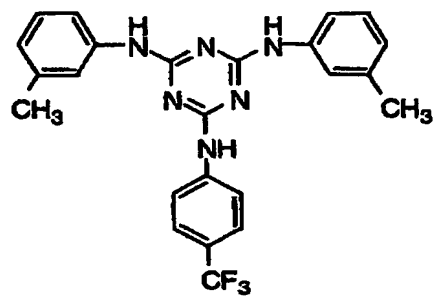
I-(30)



I-(31)



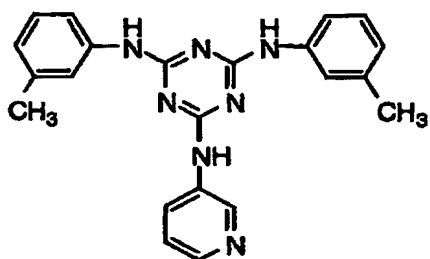
I-(32)



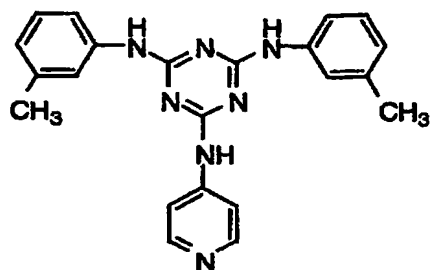
【0045】

【化18】

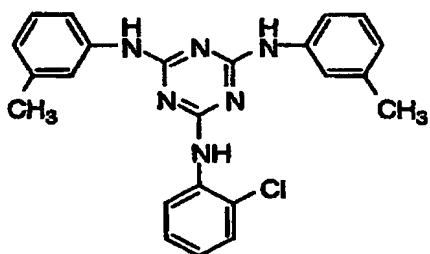
I-(33)



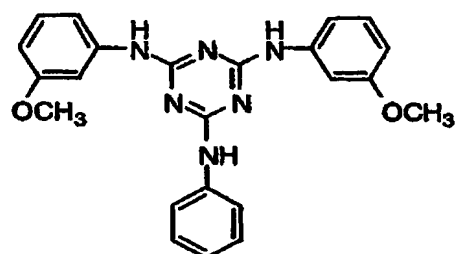
I-(34)



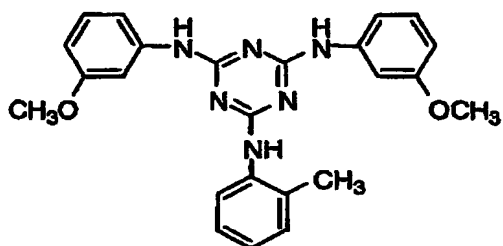
I-(35)



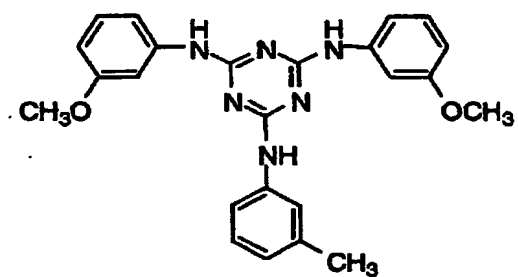
I-(36)



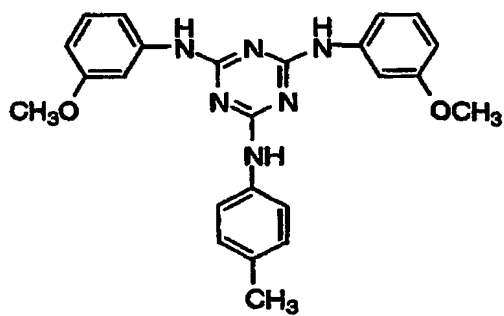
I-(37)



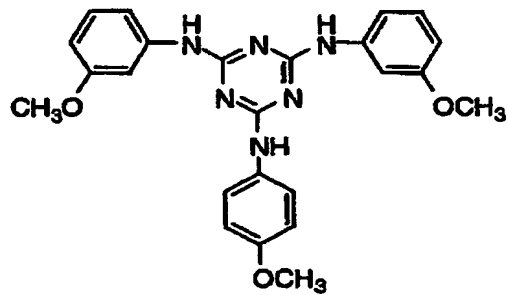
I-(38)



I-(39)



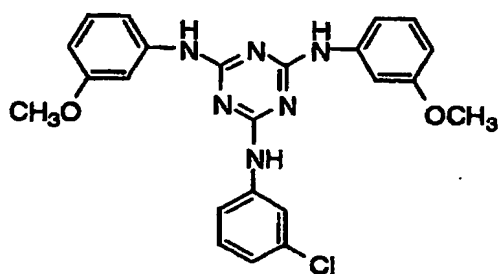
I-(40)



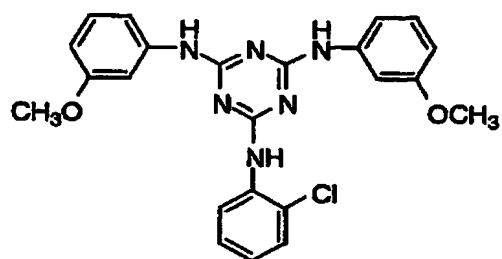
【0046】

【化19】

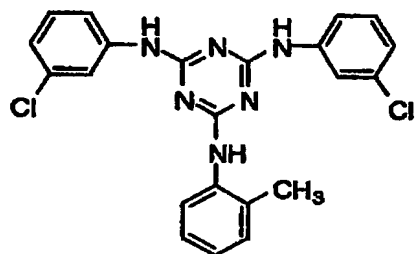
I-(41)



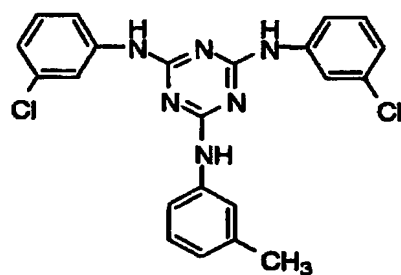
I-(42)



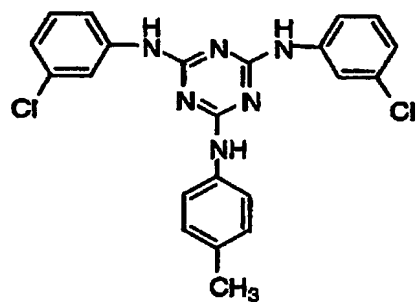
I-(43)



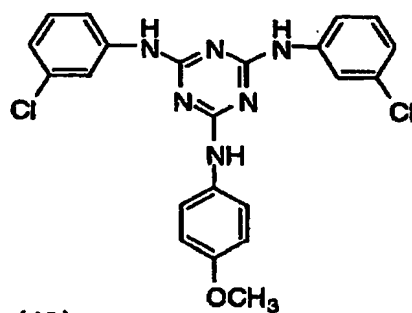
I-(44)



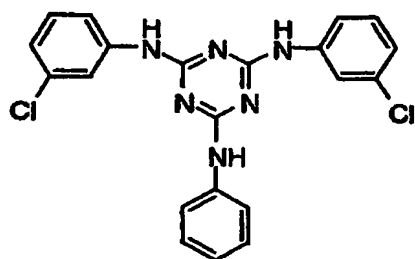
I-(45)



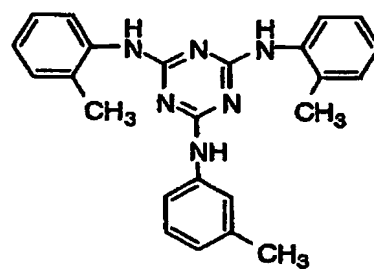
I-(46)



I-(47)



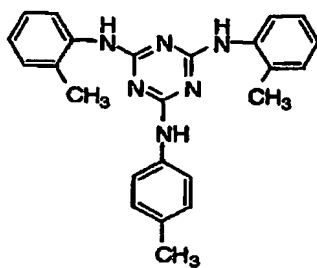
I-(48)



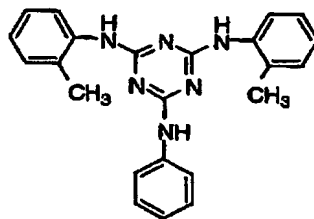
【0047】

【化 20】

I-(49)



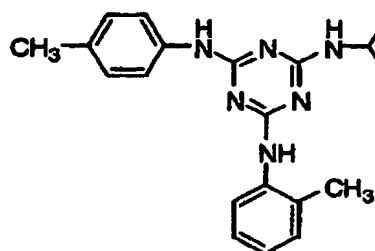
I-(50)



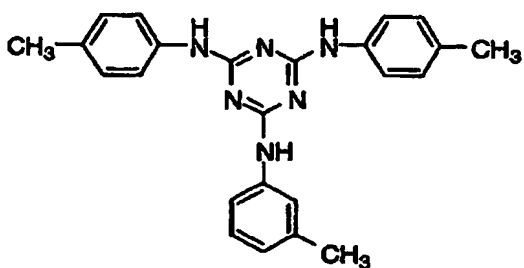
【0048】

【化 21】

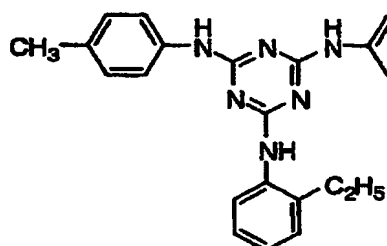
II-(1)



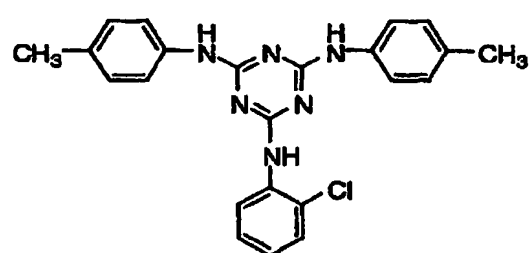
II-(2)



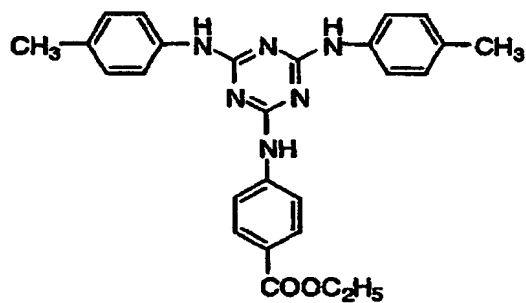
II-(3)



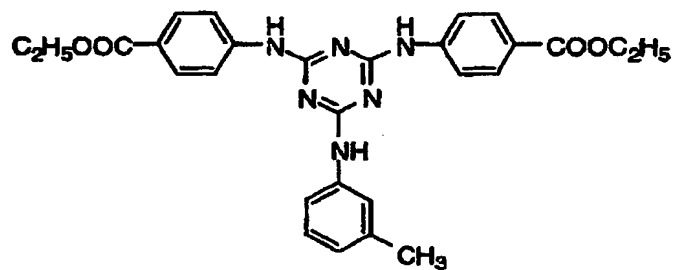
II-(4)



II-(5)



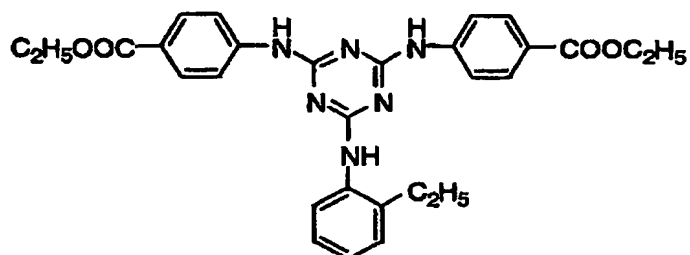
II-(6)



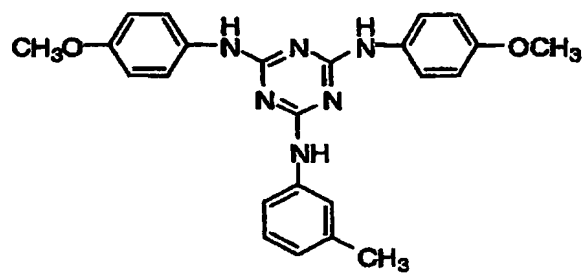
【0049】

【化 2 2】

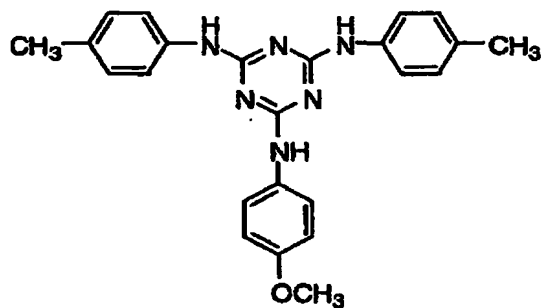
II-(7)



II-(8)



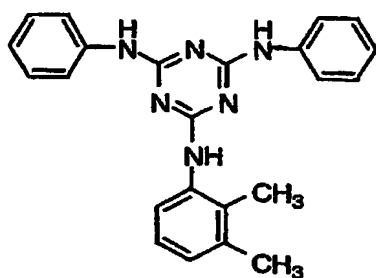
II-(9)



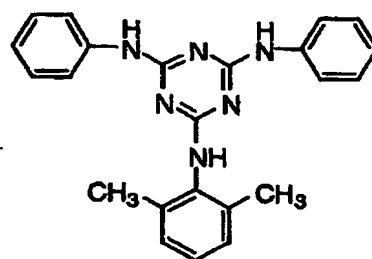
【0050】

【化 23】

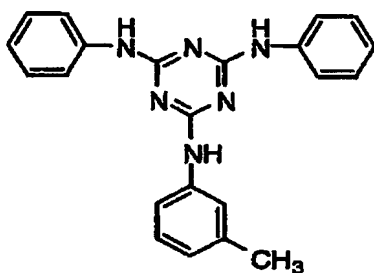
III-(1)



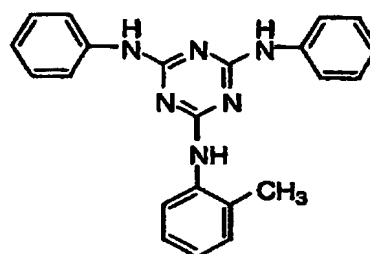
III-(2)



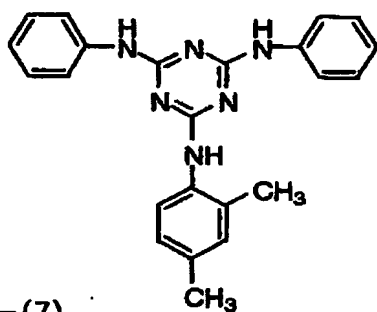
III-(3)



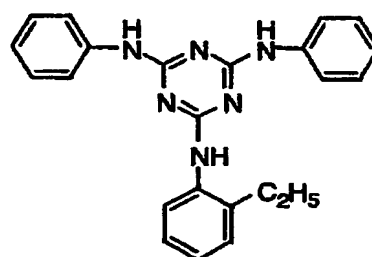
III-(4)



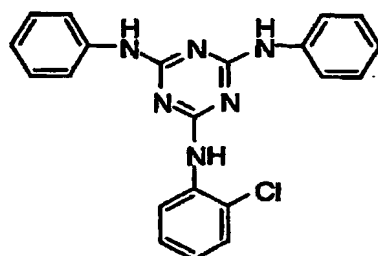
III-(5)



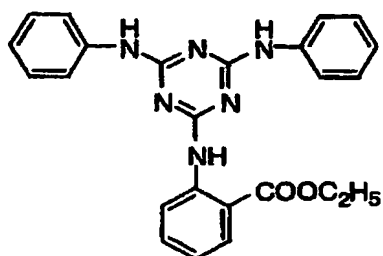
III-(6)



III-(7)



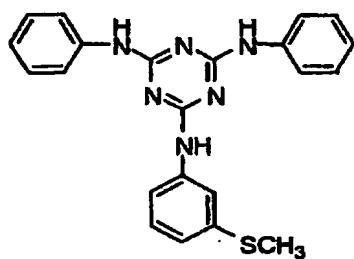
III-(8)



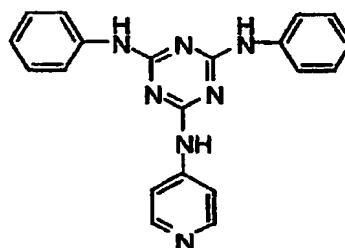
【0051】

【化 24】

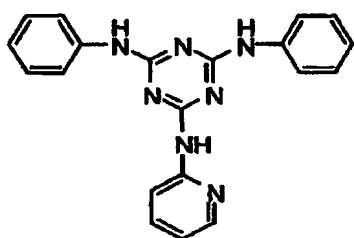
III-(9)



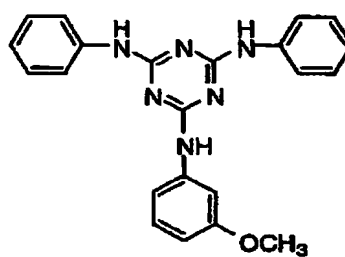
III-(10)



III-(11)



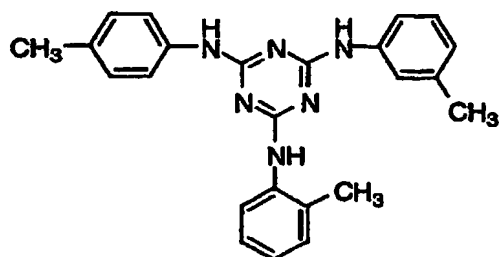
III-(12)



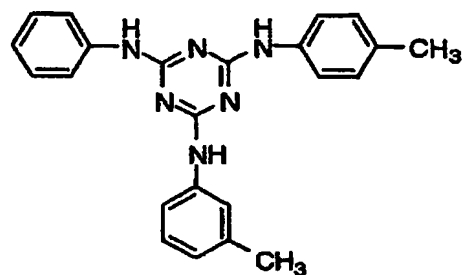
【0052】

【化 25】

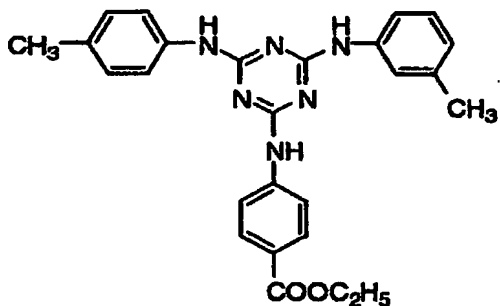
IV-(1)



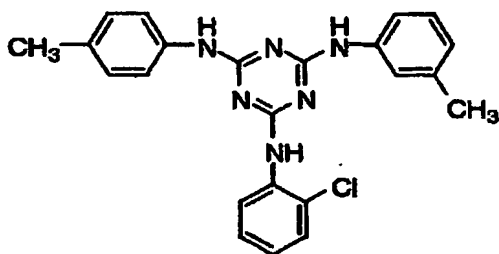
IV-(2)



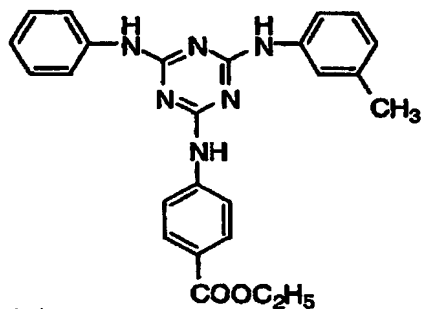
IV-(3)



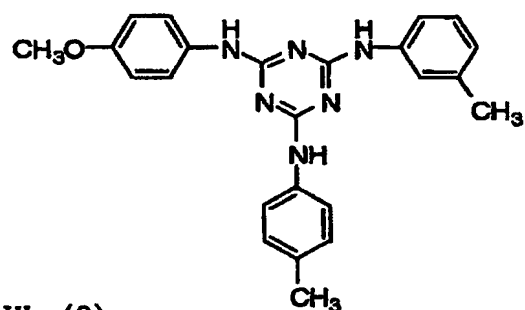
IV-(4)



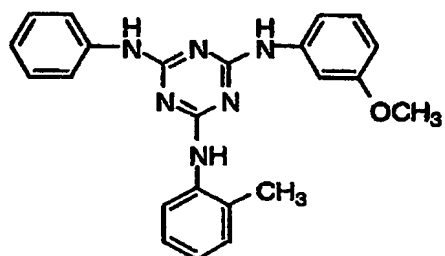
II-(5)



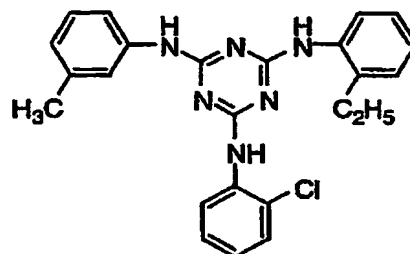
IV-(6)



IV-(7)



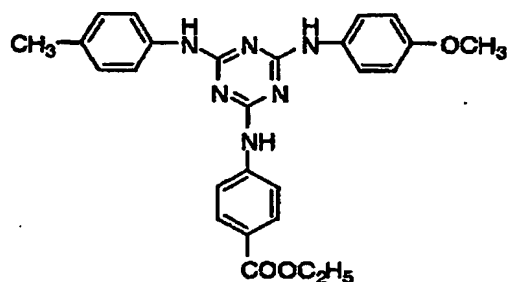
IV-(8)



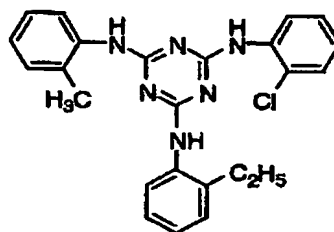
【0053】

【化 26】

IV-(9)



IV-(10)



【0054】

本発明の芳香族化合物は、光学フィルム用のレターデーション上昇剤として有用である。前記一般式 (I) ~ (IV) のいずれかで表される芳香族化合物の一種を単独で用いてもよいし、二種類以上を併用してもよい。更に、1, 3, 5-トリアジン環を有するホモポリマーまたはコポリマーと併用して用いてもよい。

また、本発明の芳香族化合物と共にUV吸収剤を併用してもよい。UV吸収剤の使用量は本発明の化合物に対して質量比で10%以下が好ましく、3%以下がさらに好ましい。

【0055】

次に本発明の製造の対象であり、かつ光学補償フィルム、その他で使用するセルロースエステルフィルムについて詳しく説明する。

[フィルムのレターデーション]

フィルムのReレターデーション値およびRthレターデーション値は、それぞれ、下記式 (I) および (II) で定義される。

$$\text{式 (I) : Reレターデーション値} = (n_x - n_y) \times d$$

$$\text{式 (II) : Rthレターデーション値} = \{ (n_x + n_y) / 2 - n_z \} \times d$$

式 (I) および (II) において、 n_x は、フィルム面内の遅相軸方向（屈折率が最大となる方向）の屈折率であり、 n_y は、フィルム面内の進相軸方向（屈折率が最小となる方向）の屈折率であり、 n_z は、フィルムの厚み方向の屈折率であり、 d は、単位をnmとするフィルムの厚さである。

【0056】

本発明では、セルロースエステルフィルムの R_e レターデーション値を 0 乃至 100 nm の範囲に、そして、 R_{th} レターデーション値を 70 乃至 400 nm の範囲に調節する。

なお、セルロースエステルフィルムの複屈折率 ($\Delta n : n_x - n_y$) は、0.00 乃至 0.002 の範囲にあることが好ましい。また、セルロースエステルフィルムの厚み方向の複屈折率 $\{ (n_x + n_y) / 2 - n_z \}$ は、0.001 乃至 0.05 の範囲にあることが好ましい。

【0057】

[セルロースエステル]

本発明のセルロースエステルフィルムの素材としてのセルロースエステルとしては、セルロースの低級脂肪酸エステルが好ましい。低級脂肪酸とは、炭素原子数が 6 以下の脂肪酸を意味する。炭素原子数は 2 (セルロースアセテート)、3 (セルロースプロピオネート)、4 (セルロースブチレート) であることが好ましい。セルロースアセテートが特に好ましい。セルロースアセテートプロピオネートやセルロースアセテートブチレートのような混合脂肪酸エステルを用いてもよい。更には、セルロースベンゾエートのようなセルロース芳香族酸エステルやあるいはセルロースアセテートベンゾエートやセルロースプロピオネートベンゾエートのような脂肪酸と芳香族酸との混合酸エステルを用いてもよい。

このうち酢化度が 59.0 乃至 61.5 % の範囲にあるセルロースアセテートを使用することが特に好ましい。ここで、酢化度とは、セルロース単位質量当たりの結合酢酸量を意味する。具体的には、測定法酢化度は、ASTM : D-817-91 (セルロースアセテート等の試験法) におけるアセチル化度の測定および計算に従う。

セルロースエステルの粘度平均重合度 (DP) は、250 以上であることが好ましく、290 以上であることがさらに好ましい。

また、本発明に使用するセルロースエステルは、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーによる M_w / M_n (M_w は質量平均分子量、 M_n は数平均分子量) の分子量分布が狭いことが好ましい。具体的な M_w / M_n の値は、1.0 乃至 1.7 の範囲にあることが好ましく、1.3 乃至 1.65 の範囲にあることがさら

に好ましく、1.4乃至1.6の範囲にあることが最も好ましい。

【0058】

[セルロースアセテートフィルムの製造]

ソルベントキャスト法によりセルロースアセテートフィルムを製造することが好ましい。ソルベントキャスト法では、セルロースアセテートを有機溶媒に溶解した溶液（ドープ）を用いてフィルムを製造する。

上記有機溶媒としては、炭素原子数が3乃至12のエーテル、炭素原子数が3乃至12のケトン、炭素原子数が3乃至12のエステルおよび炭素原子数が1乃至6のハロゲン化炭化水素から選ばれる溶媒が用いられることが好ましい。

エーテル、ケトンおよびエステルは、環状構造を有していてもよい。エーテル、ケトンおよびエステルの官能基（すなわち、 $-O-$ 、 $-CO-$ および $-COO-$ ）のいずれかを二つ以上有する化合物も、有機溶媒として用いることができる。有機溶媒は、アルコール性水酸基のような他の官能基を有していてもよい。二種類以上の官能基を有する有機溶媒の場合、その炭素原子数はハロゲン基を含むものは3乃至6、ハロゲン基を含まないものは3乃至12が好ましい。

【0059】

炭素原子数が3乃至12のエーテル類の例には、ジイソプロピルエーテル、ジメトキシメタン、ジメトキシエタン、1,4-ジオキサン、1,3-ジオキソラン、テトラヒドロフラン、アニソールおよびフェネトールが含まれる。

炭素原子数が3乃至12のケトン類の例には、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノンおよびメチルシクロヘキサノンが含まれる。

炭素原子数が3乃至12のエステル類の例には、エチルホルメート、プロピルホルメート、ペンチルホルメート、メチルアセテート、エチルアセテートおよびペンチルアセテートが含まれる。

二種類以上の官能基を有する有機溶媒の例には、2-エトキシエチルアセテート、2-メトキシエタノールおよび2-ブトキシエタノールが含まれる。

ハロゲン化炭化水素の炭素原子数は、1または2であることが好ましく、1であることが最も好ましい。ハロゲン化炭化水素のハロゲンは、塩素であることが

好ましい。ハロゲン化炭化水素の水素原子が、ハロゲンに置換されている割合は、25乃至75モル%であることが好ましく、30乃至70モル%であることがより好ましく、35乃至65モル%であることがさらに好ましく、40乃至60モル%であることが最も好ましい。メチレンクロリドが、代表的なハロゲン化炭化水素である。

二種類以上の有機溶媒を混合して用いてもよい。

【0060】

一般的な方法でセルロースアセテート溶液を調製できる。一般的な方法とは、0℃以上の温度（常温または高温）で処理して調製することを意味する。溶液の調製は、通常のスルベントキャスト法におけるドープの調製方法および装置を用いて実施することができる。なお、一般的な方法の場合は、有機溶媒としてハロゲン化炭化水素（特にメチレンクロリド）を用いることが好ましい。

セルロースアセテートの量は、得られる溶液中に10乃至40質量%含まれるように調整する。セルロースアセテートの量は、10乃至30質量%であることがさらに好ましい。有機溶媒（主溶媒）中には、後述する任意の添加剤を添加しておいてもよい。

溶液は、常温（0乃至40℃）でセルロースアセテートと有機溶媒とを攪拌することにより調製することができる。高濃度の溶液は、加圧および加熱条件下で攪拌してもよい。具体的には、セルロースアセテートと有機溶媒とを加圧容器に入れて密閉し、加圧下で溶媒の常温における沸点以上、かつ溶媒が沸騰しない範囲の温度に加熱しながら攪拌する。

加熱温度は、通常は40℃以上であり、好ましくは60乃至200℃であり、さらに好ましくは80乃至110℃である。

【0061】

各成分は予め粗混合してから容器に入れてもよい。また、順次容器に投入してもよい。容器は攪拌できるように構成されている必要がある。窒素ガス等の不活性気体を注入して容器を加圧することができる。また、加熱による溶媒の蒸気圧の上昇を利用してもよい。あるいは、容器を密閉後、各成分を圧力下で添加してもよい。

加熱する場合、容器の外部より加熱することが好ましい。例えば、ジャケットタイプの加熱装置を用いることができる。また、容器の外部にプレートヒーターを設け、配管して液体を循環させることにより容器全体を加熱することもできる。

容器内部に攪拌翼を設けて、これを用いて攪拌することが好ましい。攪拌翼は、容器の壁付近に達する長さのものが好ましい。攪拌翼の末端には、容器の壁の液膜を更新するため、掻取翼を設けることが好ましい。

容器には、圧力計、温度計等の計器類を設置してもよい。容器内で各成分を溶剤中に溶解する。調製したドープは冷却後容器から取り出すか、あるいは、取り出した後、熱交換器等を用いて冷却する。

【0062】

冷却溶解法により、溶液を調製することもできる。冷却溶解法では、通常の溶解方法では溶解させることが困難な有機溶媒中にもセルロースアセテートを溶解させることができる。なお、通常の溶解方法でセルロースアセテートを溶解できる溶媒であっても、冷却溶解法によると迅速に均一な溶液が得られるとの効果がある。

冷却溶解法では最初に、室温で有機溶媒中にセルロースアセテートを攪拌しながら徐々に添加する。

セルロースアセテートの量は、この混合物中に10乃至40質量%含まれるように調整することが好ましい。セルロースアセテートの量は、10乃至30質量%であることがさらに好ましい。さらに、混合物中には後述する任意の添加剤を添加しておいてもよい。

【0063】

次に、混合物を -100 乃至 -10°C （好ましくは -80 乃至 -10°C 、さらに好ましくは -50 乃至 -20°C 、最も好ましくは -50 乃至 -30°C ）に冷却する。冷却は、例えば、ドライアイス・メタノール浴（ -75°C ）や冷却したジエチレングリコール溶液（ -30 乃至 -20°C ）中で行うことができる。このように冷却すると、セルロースアセテートと有機溶媒の混合物は固化する。

冷却速度は、 $4^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以上であることが好ましく、 $8^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以上であることが

さらに好ましく、 $12^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以上であることが最も好ましい。冷却速度は、速いほど好ましいが、 $10000^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ が理論的な上限であり、 $1000^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ が技術的な上限であり、そして $100^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ が実用的な上限である。なお、冷却速度は、冷却を開始する時の温度と最終的な冷却温度との差を冷却を開始してから最終的な冷却温度に達するまでの時間で割った値である。

【0064】

さらに、これを0乃至 200°C 、好ましくは0乃至 150°C 、さらに好ましくは0乃至 120°C 、最も好ましくは0乃至 50°C に加温すると、有機溶媒中にセルロースアセテートが溶解する。昇温は、室温中に放置するだけでもよいし、温浴中で加温してもよい。

加温速度は、 $4^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以上であることが好ましく、 $8^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以上であることがさらに好ましく、 $12^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以上であることが最も好ましい。加温速度は、速いほど好ましいが、 $10000^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ が理論的な上限であり、 $1000^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ が技術的な上限であり、そして $100^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ が実用的な上限である。なお、加温速度は、加温を開始する時の温度と最終的な加温温度との差を加温を開始してから最終的な加温温度に達するまでの時間で割った値である。

以上のようにして、均一な溶液が得られる。なお、溶解が不十分である場合は冷却、加温の操作を繰り返してもよい。溶解が充分であるかどうかは、目視により溶液の外観を観察するだけで判断することができる。

【0065】

冷却溶解法においては、冷却時の結露による水分混入を避けるため、密閉容器を用いることが望ましい。また、冷却加温操作において、冷却時に加圧し、加温時の減圧すると、溶解時間を短縮することができる。加圧および減圧を実施するためには、耐圧性容器を用いることが望ましい。

なお、セルロースアセテート（酢化度：60.9%、粘度平均重合度：299）を冷却溶解法によりメチルアセテート中に溶解した20質量%の溶液は、示差走査熱量測定（DSC）によると、 33°C 近傍にゾル状態とゲル状態との疑似相転移点が存在し、この温度以下では均一なゲル状態となる。従って、この溶液は疑似相転移温度以上、好ましくはゲル相転移温度プラス 10°C 程度の温度に保持

する必要がある。ただし、この疑似相転移温度は、セルロースアセテートの酢化度、粘度平均重合度、溶液濃度や使用する有機溶媒により異なる。

【0066】

調製したセルロースアセテート溶液（ドープ）から、ソルベントキャスト法によりセルロースアセテートフィルムを製造する。本発明では、ドープには前記のレターデーション上昇剤を添加する。

ドープは、ドラムまたはバンド上に流延し、溶媒を蒸発させてフィルムを形成する。流延前のドープは、固形分量が18乃至35%となるように濃度を調整することが好ましい。ドラムまたはバンドの表面は、鏡面状態に仕上げておくことが好ましい。ドープは、表面温度が10℃以下のドラムまたはバンド上に流延することが好ましい。

【0067】

本発明において剥ぎ取り前乾燥とはバンドもしくはドラム上にドープが塗布されてからフィルムとして剥ぎ取られるまでの乾燥を指すものとする。また、前半とはドープ塗布から剥ぎ取りまでに要する全時間の半分より前の工程を指すものとする。剥ぎ取り前乾燥は不活性ガスを送風することにより行なうことができる。剥ぎ取り前乾燥における風温は0℃～180℃が好ましく、40℃～150℃がさらに好ましい。本発明において実効風速とは、フィルム面近傍での平均風速を指すものとする。剥ぎ取り前乾燥前半における乾燥風の実効風速は20m/min以上が好ましく、50m/min以上がさらに好ましい。乾燥風は剥ぎ取り前乾燥全体に渡って吹かしてもよく、また、一部の工程で無風の状態が存在してもよい。剥ぎ取り前乾燥が過酷すぎる場合、発泡等の問題が生じるがこれが起きない範囲でできるだけ速やかに乾燥し、セルロースエステル内でのレターデーション上昇剤の固定を速やかに行なうことによりムラのないフィルムが得られる。

【0068】

ソルベントキャスト法における乾燥方法については、米国特許2336310号、同2367603号、同2492078号、同2492977号、同2492978号、同2607704号、同2739069号、同2739070号、英国特許640731号、同736892号の各明細書、特公昭45-4554

号、同49-5614号、特開昭60-176834号、同60-203430号、同62-115035号の各公報に記載がある。

【0069】

得られたフィルムをドラムまたはバンドから剥ぎ取り、さらに100℃から160℃まで逐次温度を変えた高温風で乾燥して残留溶剤を蒸発させることもできる。以上の方法は、特公平5-17844号公報に記載がある。この方法によると、流延から剥ぎ取りまでの時間を短縮することが可能である。この方法を実施するためには、流延時のドラムまたはバンドの表面温度においてドープがゲル化することが必要である。

【0070】

調整したセルロースアセテート溶液（ドープ）を用いて二層以上の流延を行いフィルム化することもできる。この場合、ソルベントキャスト法によりセルロースアセテートフィルムを作製することが好ましい。ドープは、ドラムまたはバンド上に流延し、溶媒を蒸発させてフィルムを形成する。流延前のドープは、固形分量が10乃至40%の範囲となるように濃度を調整することが好ましい。ドラムまたはバンドの表面は、鏡面状態に仕上げておくことが好ましい。

【0071】

二層以上の複数のセルロースアセテート液を流延する場合、複数のセルロースアセテート溶液を流延することが可能で、支持体の進行方向に間隔をおいて設けられた複数の流延口からセルロースアセテートを含む溶液をそれぞれ流延させて積層させながらフィルムを作製してもよい。例えば、特開昭61-158414号、特開平1-122419号、および、特開平11-198285号の各公報に記載の方法を用いることができる。また、2つの流延口からセルロースアセテート溶液を流延することによってもフィルム化することもできる。例えば、特公昭60-27562号、特開昭61-94724号、特開昭61-947245号、特開昭61-104813号、特開昭61-158413号、および、特開平6-134933号の各公報に記載の方法を用いることができる。また、特開昭56-162617号公報に記載の高粘度セルロースアセテート溶液の流れを低粘度のセルロースアセテート溶液で包み込み、その高、低粘度のセルロースアセテート

ト溶液を同時に押し出すセルロースアセテートフィルムの流延方法を用いることもできる。

【0072】

また、二個の流延口を用いて、第一の流延口により支持体に成形したフィルムを剥ぎ取り、支持体面に接していた側に第二の流延を行うことにより、フィルムを作製することもできる。例えば、特公昭44-20235号公報に記載の方法を挙げることができる。

流延するセルロースアセテート溶液は同一の溶液を用いてもよいし、異なるセルロースアセテート溶液を用いてもよい。複数のセルロースアセテート層に機能をもたせるために、その機能に応じたセルロースアセテート溶液を、それぞれの流延口から押し出せばよい。さらに本発明のセルロースアセテート溶液は、他の機能層（例えば、接着層、染料層、帯電防止層、アンチハレーション層、紫外線吸収層、偏光層など）と同時に流延することもできる。

【0073】

従来の単層液では、必要なフィルムの厚さにするためには高濃度で高粘度のセルロースアセテート溶液を押し出すことが必要である。その場合セルロースアセテート溶液の安定性が悪くて固形物が発生し、ブツ故障となったり、平面性が不良となったりして問題となるが多かった。この問題の解決方法として、複数のセルロースアセテート溶液を流延口から流延することにより、高粘度の溶液を同時に支持体上に押し出すことができ、平面性も良化し優れた面状のフィルムが作製できるばかりでなく、濃厚なセルロースアセテート溶液を用いることで乾燥負荷の低減化が達成でき、フィルムの生産スピードを高めることができる。

【0074】

セルロースアセテートフィルムには機械的物性を改良するために、リン酸エステルやカルボン酸エステルなどの可塑剤を用いることができる。

上記リン酸エステルの例には、トリフェニルフォスフェート（TPP）およびトリクレジルホスフェート（TCP）が含まれる。上記カルボン酸エステルとしては、フタル酸エステルおよびクエン酸エステルが代表的である。フタル酸エステルの例には、ジメチルフタレート（DMP）、ジエチルフタレート（DEP）

、ジブチルフタレート (DBP)、ジオクチルフタレート (DOP)、ジフェニルフタレート (DPP) およびジエチルヘキシルフタレート (DEHP) が含まれる。クエン酸エステル例には、O-アセチルクエン酸トリエチル (OACTE) およびO-アセチルクエン酸トリブチル (OACTB) が含まれる。その他のカルボン酸エステルの例には、オレイン酸ブチル、リシノール酸メチルアセチル、セバシン酸ジブチル、種々のトリメリット酸エステルが含まれる。フタル酸エステル系可塑剤 (DMP、DEP、DBP、DOP、DPP、DEHP) が好ましく用いられ、DEPおよびDPPが特に好ましい。

可塑剤の添加量は、セルロースアセテートの量の0.1乃至25質量%であることが好ましく、1乃至20質量%であることがさらに好ましく、3乃至15質量%であることが最も好ましい。

【0075】

セルロースアセテートフィルムには、劣化防止剤 (例、酸化防止剤、過酸化分解剤、ラジカル禁止剤、金属不活性化剤、酸捕獲剤、アミン) を添加してもよい。劣化防止剤については、特開平3-199201号、同5-1907073号、同5-194789号、同5-271471号、同6-107854号の各公報に記載がある。劣化防止剤の添加量は、調製する溶液 (ドープ) の0.01乃至1質量%であることが好ましく、0.01乃至0.2質量%であることがさらに好ましい。添加量が0.01質量%未満であると、劣化防止剤の効果がほとんど認められない。添加量が1質量%を越えると、フィルム表面への劣化防止剤のブリードアウト (しみ出し) が認められる場合がある。特に好ましい劣化防止剤の例としては、ブチル化ヒドロキシトルエン (BHT)、トリベンジルアミン (TBA) を挙げることができる。

【0076】

[二軸延伸]

セルロースアセテートフィルムは、仮想歪みを低減させるために、延伸処理しても構わない。延伸することにより、延伸方向の仮想歪みが低減できるので、面内すべての方向で歪みを低減するために二軸延伸をおこなってもよい。

二軸延伸には、同時二軸延伸法と逐次二軸延伸法があるが、連続製造の観点か

ら逐次二軸延伸方法が好ましく、ドープを流延した後、バンドもしくはドラムよりフィルムを剥ぎ取り、幅方向（長手方法）に延伸した後、長手方向（幅方向）に延伸される。

幅方向に延伸する方法は、例えば、特開昭62-115035号、特開平4-152125号、同4-284211号、同4-298310号、同11-48271号などに記載されている。フィルムの延伸は、常温または加熱条件下で実施する。加熱温度は、フィルムのガラス転移温度以下であることが好ましい。フィルムは、乾燥中の処理で延伸することができ、特に溶媒が残存する場合は有効である。長手方向の延伸の場合、例えば、フィルムの搬送ローラーの速度を調節して、フィルムの剥ぎ取り速度よりもフィルムの巻き取り速度の方を速くするとフィルムは延伸される。幅方向の延伸の場合、フィルムの中をテンターで保持しながら搬送して、テンターの巾を徐々に広げることにしてもフィルムを延伸できる。フィルムの乾燥後に、延伸機を用いて延伸すること（好ましくはロング延伸機を用いる一軸延伸）もできる。フィルムの延伸倍率（元の長さに対する延伸による増加分の比率）は、5乃至50%の範囲にあることが好ましく、10乃至40%の範囲にあることがさらに好ましく、15乃至35%の範囲にあることが最も好ましい。

【0077】

これら流延から後乾燥までの工程は、空気雰囲気下でもよいし窒素ガスなどの不活性ガス雰囲気下でもよい。本発明に用いるセルロースアセテートフィルムの製造に用いる巻き取り機は一般的に使用されているものでよく、定テンション法、定トルク法、テーパーテンション法、内部応力一定のプログラムテンションコントロール法などの巻き取り方法で巻き取ることができる。

【0078】

[セルロースアセテートフィルムの表面処理]

セルロースアセテートフィルムは、表面処理を施すことが好ましい。具体的方法としては、コロナ放電処理、グロー放電処理、火炎処理、酸処理、アルカリ処理または紫外線照射処理が挙げられる。また、特開平7-333433号公報に記載のように、下塗り層を設けることも好ましい。

フィルムの平面性を保持する観点から、これら処理においてセルロースアセテートフィルムの温度を T_g （ガラス転移温度）以下、具体的には 150°C 以下とすることが好ましい。

偏光板の透明保護膜として使用する場合、偏光子との接着性の観点から、酸処理またはアルカリ処理、すなわちセルロースアセテートに対するケン化処理を実施することが特に好ましい。

表面エネルギーは 55 mN/m 以上であることが好ましく、 60 mN/m 以上 75 mN/m 以下であることが更に好ましい。

【0079】

以下、アルカリ鹼化処理を例に、具体的に説明する。

セルロースアセテートフィルムのアルカリ鹼化処理は、フィルム表面をアルカリ溶液に浸漬した後、酸性溶液で中和し、水洗して乾燥するサイクルで行われることが好ましい。

アルカリ溶液としては、水酸化カリウム溶液、水酸化ナトリウム溶液が挙げられ、水酸化イオンの規定濃度は 0.1 乃至 3.0 N の範囲にあることが好ましく、 0.5 乃至 2.0 N の範囲にあることがさらに好ましい。アルカリ溶液温度は、室温乃至 90°C の範囲にあることが好ましく、 40 乃至 70°C の範囲にあることがさらに好ましい。

【0080】

固体の表面エネルギーは、「ぬれの基礎と応用」（リアライズ社 1989. 12. 10 発行）に記載のように接触角法、湿潤熱法、および吸着法により求めることができる。本発明のセルロースアセテートフィルムの場合、接触角法を用いることが好ましい。

具体的には、表面エネルギーが既知である2種の溶液をセルロースアセテートフィルムに滴下し、液滴の表面とフィルム表面との交点において、液滴に引いた接線とフィルム表面のなす角で、液滴を含む方の角を接触角と定義し、計算によりフィルムの表面エネルギーを算出できる。

【0081】

[配向膜]

配向膜は、光学異方性層のディスコティック液晶性分子の配向方向を規定する機能を有する。

配向膜は、有機化合物（好ましくはポリマー）のラビング処理、無機化合物の斜方蒸着、マイクログループを有する層の形成、あるいはラングミュア・ブロッジェット法（LB膜）による有機化合物（例、 ω -トリコサン酸、ジオクタデシルメチルアンモニウムクロライド、ステアрил酸メチル）の累積のような手段で、設けることができる。さらに、電場の付与、磁場の付与あるいは光照射により、配向機能が生じる配向膜も知られている。

配向膜は、ポリマーのラビング処理により形成することが好ましい。ポリビニルアルコールが、好ましいポリマーである。疎水性基が結合している変性ポリビニルアルコールが特に好ましい。疎水性基は光学異方性層のディスコティック液晶性分子と親和性があるため、疎水性基をポリビニルアルコールに導入することで、ディスコティック液晶性分子を均一に配向させることができる。疎水性基は、ポリビニルアルコールの主鎖末端または側鎖に結合させる。

疎水性基は、炭素原子数が6以上の脂肪族基（好ましくはアルキル基またはアルケニル基）または芳香族基が好ましい。

ポリビニルアルコールの主鎖末端に疎水性基を結合させる場合は、疎水性基と主鎖末端との間に連結基を導入することが好ましい。連結基の例には、 $-S-$ 、 $-C(CN)R^1-$ 、 $-NR^2-$ 、 $-CS-$ およびそれらの組み合わせが含まれる。上記 R^1 および R^2 は、それぞれ、水素原子または炭素原子数が1乃至6のアルキル基（好ましくは、炭素原子数が1乃至6のアルキル基）である。

【0082】

ポリビニルアルコールの側鎖に疎水性基を導入する場合は、ポリビニルアルコールの酢酸ビニル単位のアセチル基（ $-CO-CH_3$ ）の一部を、炭素原子数が7以上のアシル基（ $-CO-R^3$ ）に置き換えればよい。 R^3 は、炭素原子数が6以上の脂肪族基または芳香族基である。

市販の変性ポリビニルアルコール（例、MP103、MP203、R1130、クラレ（株）製）を用いてもよい。

配向膜に用いる（変性）ポリビニルアルコールのケン化度は、80%以上であ

ることが好ましい。(変性) ポリビニルアルコールの重合度は、200以上であることが好ましい。

ラビング処理は、配向膜の表面を、紙や布で一定方向に、数回こすることにより実施する。長さおよび太さが均一な繊維を均一に植毛した布を用いることが好ましい。

なお、光学異方性層のディスコティック液晶性分子を配向膜を用いて配向後、配向膜を除去しても、ディスコティック液晶性分子の配向状態を保つことができる。すなわち、配向膜は、ディスコティック液晶性分子を配向するため楕円偏光板の製造において必須であるが、製造された光学補償シートにおいては必須ではない。

配向膜を透明支持体と光学異方性層との間に設ける場合は、さらに下塗り層(接着層)を透明支持体と配向膜との間に設けてもよい。

【0083】

[光学異方性層]

光学異方性層はディスコティック液晶性分子、棒状液晶性分子など液晶性分子から形成することができる。本発明の光学補償シートにおいては、液晶性分子は、ディスコティック液晶性分子の場合円盤面、棒状液晶性分子の場合長軸方向、と透明支持体面とのなす角が、光学異方性層の深さ方向において変化している(ハイブリッド配向している)ことが好ましい。光学異方性層は、上記の配向膜によって液晶性分子を配向させ、その配向状態の液晶性分子を固定することによって形成することが好ましい。液晶性分子は、重合反応により固定することが好ましい。

【0084】

ディスコティック液晶性分子は、様々な文献(C. Destrad et al., Mol. Cryst. Liq. Cryst., vol. 71, page 111 (1981); 日本化学会編、季刊化学総説、No. 22、液晶の化学、第5章、第10章第2節(1994); B. Kohne et al., Angew. Chem. Soc. Chem. Comm., page 1794 (1985); J. Zhang et al., J. Am. Chem. Soc., vol. 116, page 2655 (1994))に記載されている。ディスコティック液晶性分子の重合については、特開平8-27284公報に記載がある。

特開平 8-50286 に記載されるディスコティック液晶性分子を用いることが好ましい。

【0085】

棒状液晶性分子としては、アゾメチン類、アゾキシ類、シアノビフェニル類、シアノフェニルエステル類、安息香酸エステル類、シクロヘキサンカルボン酸フェニルエステル類、シアノフェニルシクロヘキサン類、シアノ置換フェニルピリミジン類、アルコキシ置換フェニルピリミジン類、フェニルジオキサン類、トラン類およびアルケニルシクロヘキシルベンゾニトリル類が好ましく用いられる。

なお、棒状液晶性分子には、金属錯体も含まれる。棒状液晶性分子については、季刊化学総説第 22 巻液晶の化学（1994 年）日本化学会編の第 4 章、第 7 章および第 11 章、および液晶デバイスハンドブック日本学術振興会第 142 委員会編の第 3 章に記載がある。特開平 2001-166145 号公報に記載されている棒状液晶性分子を用いることが好ましい。

【0086】

光学異方性層は、ディスコティック液晶性分子および必要に応じて重合性開始剤や任意の成分を含む塗布液を、配向膜の上に塗布することで形成できる。

光学異方性層の厚さは、0.5 乃至 100 μm であることが好ましく、0.5 乃至 30 μm であることがさらに好ましい。

【0087】

配向させた液晶性分子を、配向状態を維持して固定する。固定化は、重合反応により実施することが好ましい。重合反応には、熱重合開始剤を用いる熱重合反応と光重合開始剤を用いる光重合反応とが含まれる。光重合反応が好ましい。

光重合開始剤の例には、 α -カルボニル化合物（米国特許 2367661 号、同 2367670 号の各明細書記載）、アシロインエーテル（米国特許 2448828 号明細書記載）、 α -炭化水素置換芳香族アシロイン化合物（米国特許 2722512 号明細書記載）、多核キノン化合物（米国特許 3046127 号、同 2951758 号の各明細書記載）、トリアリールイミダゾールダイマーと p-アミノフェニルケトンとの組み合わせ（米国特許 3549367 号明細書記載）、アクリジンおよびフェナジン化合物（特開昭 60-105667 号公報、米

国特許 4239850 号明細書記載) およびオキサジアゾール化合物 (米国特許 4212970 号明細書記載) が含まれる。

【0088】

光重合開始剤の使用量は、塗布液の固形分の 0.01 乃至 20 質量%であることが好ましく、0.5 乃至 5 質量%であることがさらに好ましい。

液晶性分子の重合のための光照射は、紫外線を用いることが好ましい。

照射エネルギーは、20 乃至 5000 mJ/cm² であることが好ましく、100 乃至 800 mJ/cm² であることがさらに好ましい。また、光重合反応を促進するため、加熱条件下で光照射を実施してもよい。

保護層を、光学異方性層の上に設けてもよい。

【0089】

[偏光膜]

偏光膜には、ヨウ素系偏光膜、二色性染料を用いる染料系偏光膜やポリエーテル系偏光膜がある。ヨウ素系偏光膜および染料系偏光膜は、一般にポリビニルアルコール系フィルムを用いて製造する。

ポリマーフィルムの遅相軸と偏光膜の透過軸のなす角度は 3° 以下になるように配置することが好ましく、2° 以下になるように配置することがさらに好ましく、1° 以下になるように配置することが最も好ましい。

【0090】

[液晶セル]

本発明セルロールエステルフィルムは TN 型、OCB 型、VA 型、HAN 型等様々な表示モードの液晶セルに使用できる。これらの具体例は特開 2001-166144 号公報等の開示されている。

【0091】

【実施例】

[実施例 1]

(セルロースアセテート溶液の調製)

下記の組成物をミキシングタンクに投入し、攪拌して各成分を溶解し、セルロースアセテート溶液 A を調製した。

<セルロースアセテート溶液Aの組成>

酢化度 60.9%のセルロースアセテート	100.0質量部
トリフェニルホスフェート (可塑剤)	7.0質量部
ビスフェニルジフェニルホスフェート (可塑剤)	4.0質量部
メチレンクロライド (第1溶媒)	402.0質量部
メタノール (第2溶媒)	60.0質量部

【0092】

(マット剤溶液の調製)

下記の組成物を分散機に投入し、攪拌して各成分を溶解し、マット剤溶液を調製した。

<マット剤溶液の組成>

平均粒径 16 nmのシリカ粒子 (AEROSIL R972、日本アエロジル (株) 製)	2.0質量部
メチレンクロライド (第1溶媒)	76.3質量部
メタノール (第2溶媒)	11.4質量部
セルロースアセテート溶液A	10.3質量部

【0093】

(レターデーション上昇剤溶液の調製)

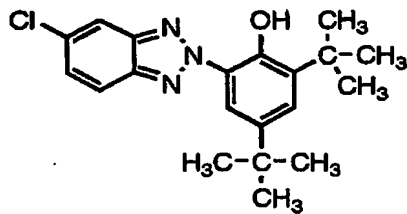
下記の組成物をミキシングタンクに投入し、加熱しながら攪拌して、各成分を溶解し、レターデーション上昇剤溶液を調製した。

<レターデーション上昇剤溶液の組成>

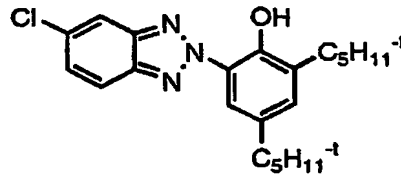
レターデーション上昇剤 (例示化合物 I- (2))	19.8質量部
UV吸収剤 (A)	0.07質量部
UV吸収剤 (B)	0.13質量部
メチレンクロライド (第1溶媒)	58.4質量部
メタノール (第2溶媒)	8.7質量部
セルロースアセテート溶液A	12.8質量部

【0094】

【化27】



UV吸収剤A



UV吸収剤B

【0095】

(セルロースアセテートフィルムの作製)

上記セルロースアセテート溶液Aを94.6質量部、マツト剤溶液を1.3質量部、レターデーション上昇剤溶液4.1質量部それぞれを濾過後に混合し、バンド流延機を用いて流延した。レターデーション上昇剤のセルロースアセテートに対する質量比は4.6%であった。残留溶剂量30%でフィルムをバンドから剥離し、130℃の条件で、残留溶剂量が13質量%のフィルムをテンターを用いて28%の延伸倍率で横延伸し、延伸後の幅のまま140℃で30秒間保持した。その後、クリップを外して140℃で40分間乾燥させセルロースアセテートフィルム101を製造した。出来あがったセルロースアセテートフィルムの残留溶剂量は0.2%であり、膜厚は92μmであった。

剥ぎ取り前乾燥前半の乾燥風量及びレターデーション上昇剤を下記表1に変更した以外は同様にしてセルロースアセテートフィルム102～107を作製した。

【0096】

【表1】

表1

試料番号	剥ぎ取り前乾燥前半の 乾燥風速 (m/min)	レターデーション上昇剤	備考
101	10	(I)-2	本発明
102	20	同上	同上
103	50	同上	同上
104	20	(I)-11	同上
105	50	同上	同上
106	0	(I)-2	比較例
107	0	(I)-11	同上

【0097】

(光学特性の測定)

作製したセルロースアセートフィルムの幅方向5点×流延方向5点＝合計25点について、下記方法によりR_{th}レターデーション値を測定し、その平均及び標準偏差を求めた。

＜R_{th}レターデーション値の測定法＞

エリプソメーター（M-150、日本分光（株）製）を用い、面内レターデーションR_e（0）を測定した。また面内の遅相軸をあおり軸として40° および-40° あおってレターデーションR_e（40）およびR_e（-40）を測った。膜厚および遅相軸方向の屈折率n_xをパラメータとし、これらの測定値R_e（0）、R_e（40）、R_e（-40）にフィッティングするように進相軸方向の屈折率n_yおよび厚み方向の屈折率n_zを計算で求め、R_{th}レターデーション値を決定した。測定波長は632.8nmとした。

結果は第2表に示す。

【0098】

【表2】

表 2

試料番号	R _{th} (nm)		備考
	平均	標準偏差	
101	183	1.5	本発明
102	184	1.2	同上
103	186	0.9	同上
104	178	1.4	同上
105	182	1.1	同上
106	176	3.2	比較例
107	174	3.3	同上

【0099】

以上の結果から本発明のフィルム面内のR_{th}レターデーション値が高く、且つ均一であることがわかる。

【0100】

[実施例2]

(鹼化処理)

実施例 1 で作製したセルロースアセテートフィルム 101~107 上に下記組成の鹼化液を 5.2 ml/m^2 塗布し、 60°C で 10 秒間乾燥させた。フィルムの表面を流水で 10 秒洗浄し、 25°C の空気を吹き付けることでフィルム表面を乾燥させた。鹼化処理した側の表面は透明性を失っている。

< 鹼化液の組成 >

イソプロピルアルコール	818 質量部
水	167 質量部
プロピレングリコール	187 質量部
水酸化カリウム	777 質量部

【0101】

(配向膜の形成)

ケン化処理したセルロースアセテートフィルム (透明支持体) の一方の面に、下記組成の配向膜塗布液を #14 のワイヤーバーコーターで 24 ml/m^2 塗布した。 60°C の温風で 60 秒、さらに 90°C の温風で 150 秒乾燥した。

次に、セルロースアセテートフィルム (透明支持体) の延伸方向 (遅相軸とは一致) と 45° の方向に、形成した膜にラビング処理を実施した。

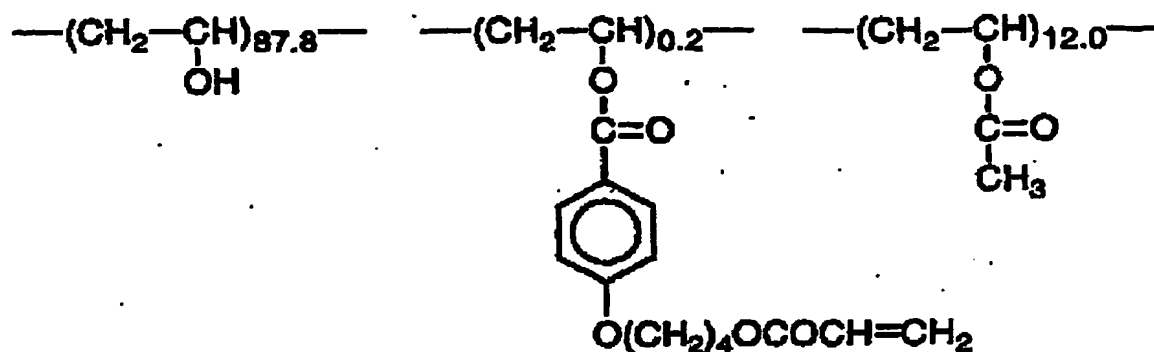
< 配向膜塗布液組成 >

下記構造の変性ポリビニルアルコール	20 質量部
水	360 質量部
メタノール	120 質量部
グルタルアルデヒド (架橋剤)	1.0 質量部

【0102】

【化 28】

変性ポリビニルアルコール



【0103】

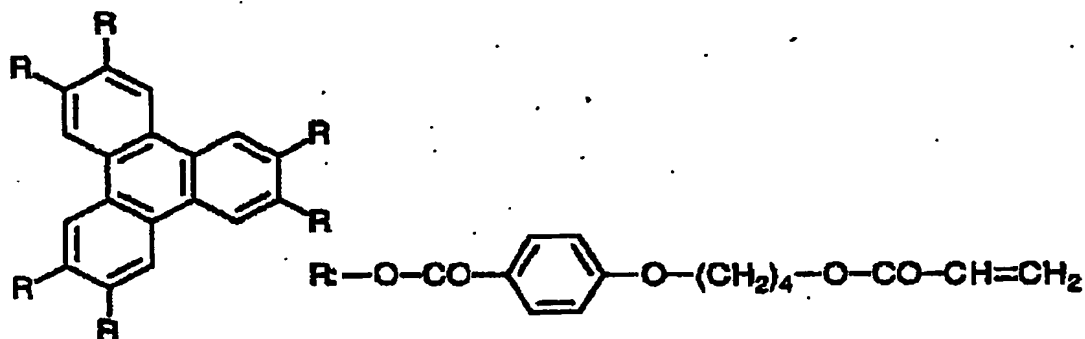
(光学異方性層の形成)

配向膜上に、下記構造のディスコティック液晶性分子 91 質量部、エチレンオキサイド変成トリメチロールプロパントリアクリレート (V#360、大阪有機化学(株)製) 9 質量部、セルロースアセテートブチレート (CAB531-1、イーストマンケミカル社製) 1.5 質量部、光重合開始剤 (イルガキュアー 907、チバガイギー社製) 3 質量部、増感剤 (カヤキュアー DETX、日本化薬(株)製) 1 質量部を、214.2 質量部のメチルエチルケトンに溶解した塗布液を、#3 のワイヤーバーコーターで 5.2 ml/m² 塗布した。これを金属の枠に貼り付けて、130℃の恒温槽中で2分間加熱し、ディスコティック液晶性分子を配向させた。次に、90℃で120W/cm 高圧水銀灯を用いて、1分間 UV 照射しディスコティック液晶性分子を重合させた。その後、室温まで放冷した。このようにして、光学異方性層を形成した。

【0104】

【化 29】

ディスコティック液晶性化合物



【0105】

(楕円偏光板の作製)

延伸したポリビニルアルコールフィルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製した。

次に、実施例2で作製した光学補償シートの透明支持体側（非鹼化処理側）を、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて偏光膜の片側に貼り付けた。透明支持体の遅相軸および偏光膜の透過軸が平行になるように配置した。

市販のセルローストリアセテートフィルム（フジタックTD80UF、富士写真フィルム（株）製）を前記と同様にケン化処理し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側（光学補償シートを貼り付けなかった側）に貼り付けた。

このようにして、楕円偏光板を作製した。

【0106】

(ベンド配向液晶セルの作製)

ITO電極付きのガラス基板に、ポリイミド膜を配向膜として設け、配向膜にラビング処理を行った。得られた二枚のガラス基板をラビング方向が平行となる配置で向かい合わせ、セルギャップを5.7 μm に設定した。セルギャップに Δn が0.1396の液晶性化合物（ZLI1132、メルク社製）を注入し、ベンド配向液晶セルを作製した。

【0107】

(液晶表示装置の作製)

作製したバンド配向セルを挟むように、作製した楕円偏光板を二枚貼り付けた。楕円偏光板の光学異方性層がセル基板に対面し、液晶セルのラビング方向とそれに対面する光学異方性層のラビング方向とが反平行となるように配置した。

作製した液晶表示装置をバックライト上に配置し、液晶セルに白表示電圧 2 V、黒表示電圧 6.0 V を印加し、測定機 (EZ-Contrast 160D、E L D I M 社製) を用いて、コントラスト視野角 (コントラスト比が 10 以上となる角度範囲) を測定した。また中間調電圧 3 V を印加し色味視野角 (ΔCuv が 0.02 以下となる角度範囲) を測定した。

本発明のセルロースアセテートフィルムを使用した液晶表示装置は表示ムラが少なく、良好な画像が得られることがわかった。

【0108】

[実施例 3]

下記の組成物をミキシングタンクに投入し、加熱しながら攪拌して、各成分を溶解し、セルロースアセテート溶液 B を調製した。

<セルロースアセテート溶液 B の組成>

酢化度 60.9% のセルロースアセテート	100.0 質量部
トリフェニルホスフェート (可塑剤)	7.0 質量部
ビフェニルジフェニルホスフェート (可塑剤)	4.0 質量部
メチレンクロライド (第 1 溶媒)	402.0 質量部
メタノール (第 2 溶媒)	60.0 質量部

別のミキシングタンクに、レターデーション上昇剤 (1) - 2 16 質量部、メチレンクロライド 80 質量部およびメタノール 20 質量部を投入し、加熱しながら攪拌して、レターデーション上昇剤溶液 D を調製した。

セルロースアセテート溶液 B 474 質量部にレターデーション上昇剤溶液 D

11 質量部を混合し、充分に攪拌してドープを調製した。レターデーション上昇剤の添加量は、セルロースアセテート 100 質量部に対して、1.6 質量部であった。

得られたドープを、流延速度 45 m/min でバンド流延機を用いて流延し、

残留溶剂量 30% になるまで乾燥した後バンドからフィルムを剥ぎ取った。次いでフィルムを 140℃ の乾燥風で 10 分乾燥し、残留溶剂量が 0.3 質量% で膜厚 60 μ m のセルロースアセテートフィルム 201 を作製した。

レターデーション上昇剤及び剥ぎ取り前乾燥前半部の乾燥条件を表 3 に示すものに変更した以外は、セルロースアセテートフィルム 201 と同じ方法によりセルロースアセテートフィルム 202 ~ 207 を作成した。

【0109】

【表 3】

表 3

試料番号	剥ぎ取り前乾燥前半の 乾燥風速 (m/min)	レターデーション上昇剤	備考
201	10	(I)-2	本発明
202	20	同上	同上
203	50	同上	同上
204	20	(I)-11	同上
205	50	同上	同上
206	0	(I)-2	比較例
207	0	(I)-11	同上

【0110】

(光学特性の測定)

実施例 1 と同様にして測定した。結果は第 4 表に示す。

【0111】

【表 4】

表 4

試料番号	Rth (nm)		備考
	平均	標準偏差	
201	77	1.7	本発明
202	79	1.3	同上
203	80	0.9	同上
204	73	1.8	同上
205	76	1.6	同上
206	73	3.3	比較例
207	72	3.0	同上

【0112】

以上の結果から本発明のフィルム面内の Rth レターデーション値が高く且つ

均一であることがわかる。

【0113】

[実施例4]

(鹼化処理)

実施例3で作製したセルロースアセテートフィルム201～207上に下記組成の鹼化液を 5.2 ml/m^2 塗布し、 60°C で10秒間乾燥させた。フィルムの表面を流水で10秒洗浄し、 25°C の空気を吹き付けることでフィルム表面を乾燥させた。

<鹼化液の組成>

イソプロピルアルコール	818質量部
水	167質量部
プロピレングリコール	187質量部
水酸化カリウム	777質量部

【0114】

(配向膜の形成)

鹼化処理したセルロースアセテートフィルム上に、下記の組成の塗布液を#16のワイヤーバーコーターで 28 ml/m^2 塗布した。 60°C の温風で60秒、さらに 90°C の温風で150秒乾燥した。

次に、セルロースアセテートフィルムの長手方向と平行な方向に、形成した膜にラビング処理を実施した。

<配向膜塗布液の組成>

上記構造のポリビニルアルコール	10質量部
水	371質量部
メタノール	119質量部
グルタルアルデヒド (架橋剤)	0.5質量部

【0115】

(光学異方性層の形成)

配向膜上に、上記のディスコティック液晶性分子 (円盤状化合物) 41.01 g、エチレンオキサイド変成トリメチロールプロパントリアクリレート (V#3

60、大阪有機化学（株）製）4.06 g、セルロースアセテートブチレート（CAB551-0.2、イーストマンケミカル社製）0.90 g、セルロースアセテートブチレート（CAB531-1、イーストマンケミカル社製）0.23 g、光重合開始剤（イルガキュアー907、チバガイギー社製）1.35 g、増感剤（カヤキュアーDETX、日本化薬（株）製）0.45 gを、102 gのメチルエチルケトンに溶解した塗布液を、#3.6のワイヤーバーで塗布した。これを130℃の恒温ゾーンで2分間加熱し、円盤状化合物を配向させた。次に、60℃の雰囲気下で120 W/cm高圧水銀灯を用いて、1分間UV照射し円盤状化合物を重合させた。その後、室温まで放冷した。このようにして、光学異方性層を形成し、光学補償シート（D-1）を作製した。

波長546 nmで測定した光学異方性層のRetarderデーション値は43 nmであった。また、円盤面と第1透明支持体面との間の角度（傾斜角）は平均で42°であった。

【0116】

延伸したポリビニルアルコールフィルムにヨウ素を吸着させて偏光子を作製し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、本発明のセルロースアセテートフィルムが偏光子側となるように偏光子の片側に貼り付けた。偏光子の透過軸と光学異方性層の遅相軸とは平行になるように配置した。

さらに市販のセルローストリアセテートフィルム（フジタックTD80UF、富士写真フィルム（株）製）を前記と同様にケン化処理し、をポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光子の反対側に貼り付けた。

【0117】

（液晶表示装置の作製）

TN型液晶セルを使用した20インチの液晶表示装置（LC-20V1、シャープ（株）製）に設けられている一対の偏光板を剥がし、代わりに上記で作製した偏光板を、光学補償シートが液晶セル側となるように粘着剤を介して、観察者側およびバックライト側に一枚ずつ貼り付けた。観察者側の偏光板の透過軸とバックライト側の偏光板の透過軸が直交するように配置した。

本発明のセルロースアセテートフィルムを用いた液晶表示装置は表示ムラが少

なく良好な画像が得られることがわかった。

【0118】

[実施例 5]

(セルロースアセテートフィルムの作製)

下記の各成分をミキシングタンクに投入し、加熱しながら攪拌して、各成分を溶解し、セルロースアセテート溶液 A' を調製した。

<セルロースエステル溶液 A' の組成>

酢化度 60.9% のセルロースアセテート	100 質量部
トリフェニルホスフェート (可塑剤)	7.8 質量部
ビスフェニルジフェニルホスフェート (可塑剤)	3.9 質量部
メチレンクロライド (第 1 溶媒)	300 質量部
メタノール (第 2 溶媒)	54 質量部
1-ブタノール	11 質量部

別のミキシングタンクに、下記の各成分を投入し、加熱しながら攪拌して、各成分を溶解し、レターデーション上昇剤溶液 C を調製した。

<レターデーション上昇剤溶液 C の組成>

レターデーション上昇剤 (例示化合物 I-2)	3 質量部
メチレンクロライド	80 質量部
メタノール	20 質量部

【0119】

セルロースエステル溶液 A' 474 質量部に、レターデーション上昇剤溶液 C を 15 質量部を添加し、充分に攪拌して、ドープを調製した。レターデーション上昇剤の添加量は、セルロースアセテート 100 質量部に対して、2 質量部である。

ドープを流延口から 0℃ に冷却したドラム上に流延した。溶媒含有率 70 質量% の場で剥ぎ取り、フィルムの巾方向の両端をピンテンター (特開平 4-1009 号公報の図 3 に記載のピンテンター) で固定し、溶媒含有率が 3 乃至 5 質量% の状態で、横方向 (機械方向に垂直な方向) の延伸率が 3% となる間隔を保ちつつ乾燥した。その後、熱処理装置のロール間を搬送することにより、さらに乾

燥し、厚み $80\mu\text{m}$ 、R t h レターデーション値 80nm 、R e レターデーション値 10nm のセルロースアセテートフィルムを作製した。

本発明の製造方法により製造されたこのセルロースアセテートフィルムも、面内レターデーションの均一なフィルムであることを確認した。

【0120】

【実施例 6】

実施例 1, 3, 5 において、使用するセルロースアセテートを酸化度 60.7% のもの、及び 60.5% のものに置き換えても同様の効果が得られた。

【0121】

【発明の効果】

本発明の製造方法によれば、レターデーション値が高くかつフィルム面内での光学的な均一性に優れたセルロースエステルフィルムが得られる。また、上記優れた特性を有するセルロースエステルフィルムを用いた光学補償シート、偏光板、および液晶表示装置が提供される。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 レターデーション値が高くかつフィルム面内での光学的な均一性に優れたセルロースエステルフィルムの製造方法、並びに上記の優れた特性を有するセルロースエステルフィルムを用いた光学補償シート、偏光板、および液晶表示装置を提供する。

【解決手段】 セルロースエステル100質量部に対して、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を0.01乃至20質量部含有するセルロースエステル溶液を流延し、かつ剥ぎ取り前乾燥の前半において実効風速10m/min以上で乾燥してセルロースエステルフィルムを製造する方法、このセルロースエステルフィルムを用いた光学補償シート、偏光板、および液晶表示装置。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 3 0 9 7 9 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 5 2 0 1]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 1 4 日

[変更理由]

新規登録

住 所

神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地

氏 名

富士写真フイルム株式会社